

3/2
国定全苏标准

无机试剂

第二册

(内部资料·注意保密)

化学工业出版社

統一書號：內95

定 价：2.50

無 机 試 剂 标 准

第 二 册

硝 酸 鈣 — 氯 化 鈉



國 家 标 准 出 版 局

1949

兰理良珍州元浩彭娟玲元元添
玉树志如詠树宏文娟翠纪树张
魏陈水王刘陈朱王宋贾承陈黄

澄良泽娥襄凤德芳丽彭汉政衡蔚
影玉馨淑一绍凤淑忠亦演树子女
姚潘王王康吴叶郑隴戴陈张蔡馮

定英全德玖嗣添琴楫培平岳霞章
永蕙崇肖崇张湘良士广中瑞文
孙徐蔣宁唐刘黄郑刘唐李张张吳

翻譯：

申校：

終校：

目 錄

	頁次
ГОСТ 4142—48 硝酸鈣	3
ГОСТ 3210—46 硫酸鈣	7
ГОСТ 4530—48 碳酸鈣	12
ГОСТ 3204—46 磷酸氫鈣	16
ГОСТ 4161—48 粒狀氯化鈣	21
ГОСТ 4141—48 氯化鈣(結晶狀)	24
ГОСТ 4460—48 熔融氯化鈣	28
ГОСТ 4238—48 鋁鉍矾	30
ГОСТ 4329—49 鋁鉀矾	34
ГОСТ 4205—48 鐵鉍矾	39
ГОСТ 4162—48 鎢矾	43
ГОСТ 4461—48 硝酸	46
ГОСТ 2062—43 溴氫酸	52
ГОСТ 4200—48 碘氫酸	57
ГОСТ 4213—48 碘酸	62
ГОСТ 4214—48 矽酸水化物(含水矽酸)	65
ГОСТ 4204—48 硫酸	67
ГОСТ 3118—46 鹽酸	72
ГОСТ 841—41 偏磷酸	78
ГОСТ 4528—48 硝酸鈷	82
ГОСТ 4219—48 亞硝酸鈷鈉	87
ГОСТ 4462—48 硫酸鈷	90
ГОСТ 4525—48 氯化鈷	95
ГОСТ 4523—48 硫酸鎂	100
ГОСТ 4209—48 氯化鎂	105
ГОСТ 435—41 硫酸錳	111
ГОСТ 612—41 氯化錳	116
ГОСТ 4163—48 硝酸銅	121
ГОСТ 4222—48 氯化鉍銅	125
ГОСТ 4164—48 氯化亞銅	128
ГОСТ 4165—48 硫酸銅	132
ГОСТ 897—41 無水硫酸銅	135
ГОСТ 4167—48 氯化銅	137
ГОСТ 1124—41 電解銅	141

ГОСТ 4328—48	氫氧化鈉	143
ГОСТ 4197—48	亞硝酸鈉	149
ГОСТ 4168—48	硝酸鈉	153
ГОСТ 4170—48	磷酸氫鈉	159
ГОСТ 4169—48	溴化鈉	164
ГОСТ 4782—49	鉍酸鈉(碳酸鉍鈉)	172
ГОСТ 4201—48	碳酸氫鈉	175
ГОСТ 4237—48	重鉻酸鈉	181
ГОСТ 4239—48	矽酸鈉	185
ГОСТ 4218—48	亞硝基亞鐵氰化鈉	189
ГОСТ 342—41	焦磷酸鈉	191
ГОСТ 195—41	無水亞硫酸鈉	196
ГОСТ 429—41	結晶亞硫酸鈉	200
ГОСТ 2053—43	硫化鈉	204
ГОСТ 4215—48	硫代硫酸鈉	207
ГОСТ 4166—48	硫酸鈉(無水)	210
ГОСТ 4171—48	結晶硫酸鈉	214
ГОСТ 4199—48	四硼酸鈉	218
ГОСТ 83—41	無水碳酸鈉	222
ГОСТ 84—41	結晶碳酸鈉	228
ГОСТ 200—41	次磷酸氫鈉	234
ГОСТ 4172—48	磷酸氫二鈉	237
ГОСТ 245—41	磷酸二氫鈉	242
ГОСТ 4463—48	氟化鈉	247
ГОСТ 4233—48	氯化鈉	252

苏联部长會議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 4142—48
	試 剂	代替 OCT BKC 5462
	硝 酸 鈣	Л 5 1 組

硝酸鈣为无色結晶，可溶于水，于空气中潮解。

分子式： $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量 (根据1947年国际原子量)—236.16。

工. 技术条件

1. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含量不得小于99%。
2. 酸度——应符合于第12条的試驗。
3. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.005	0.01
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.01	0.02	0.03
(4) 鉄 (Fe)	0.0001	0.0002	0.0005
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.001
(6) 鎂与碱金属(成硫酸盐)	0.05	0.2	0.4

II. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。
取样的总量不得少于0.6kg。

III. 測定方法

5. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

碳酸鈉，ГОСТ 83—41，1 N 溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，1 N 溶液或

盐酸，ГОСТ 3118—46，1 N 溶液。

甲基橙，0.1% 溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品約 3 g 称准至 0.0002 g，置于 100 ml 量瓶中，以少量水溶解，随后加 50 ml 碳酸鈉溶液，仔細混勻之。加水至刻度。过 12 小时，用干滤紙过滤。弃去前 10 ml 滤液，其余滤入一干燥瓶內。取 50 ml 滤液，以硫酸或盐酸滴定，用甲基橙为指示剂。

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实施日期
	1948年4月27日	1949年6月1日

$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数(X)以下式計算:

$$X = \frac{(50 - 2v) \cdot 0.11808 \cdot 100}{G} = \frac{11.808(50 - 2v)}{G}$$

式中:

v——滴定时所用恰为 1 N 酸溶液之容积, 以 ml 計;

G——本样品重量, 以 g 計;

0.11808——相当于 1 ml 恰为 1 N 碳酸鈉溶液 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 量, 以 g 計。

6. 水不溶物之測定

称取样品 50g 称准至 0.01g, 置于烧杯中, 以 100ml 水溶解, 用表玻璃盖好烧杯, 于水浴上加热 1 小时, 用玻璃或瓷过滤坩埚过滤, 在 105~110°C 烘干至恒量。

如残渣的重量不超过下列数量时, 則样品可認為符合标准:

“化学純”样品..... 1 mg

“分析純”样品..... 2.5mg

“純”样品..... 5 mg

7. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重 1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 溶液。

蒸餾水。

含 Cl^- 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

称取本样品 100g 称准至 0.01g, 溶于少量水中, 加水至 250ml, 然后过滤, (溶液 1)。应用所得溶液进行下面的測定, (8, 9, 10, 11, 及 12 各条的試驗)。

取溶液 I 5 ml, 其中加入 5 ml 水, 1 ml 硝酸及 1 ml 硝酸銀溶液。

如果試液所呈现之乳色經 20 分钟不深于标准溶液之乳色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积中含有 1 ml 硝酸, 1 ml 硝酸銀以及下列 Cl 量:

“化学純”..... 0.04 mgCl

“分析純”..... 0.1 mgCl

“純”..... 0.2 mgCl

8. 硫酸盐 (SO_4) 含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.12 及 1.19。

工业用合成甲醛, ГОСТ 1625—45, 30% 溶液。

氯化銀 ГОСТ 4108—48, 10% 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

将 25ml 溶液 1 (根据第 7 条) 置于 250ml 錐形瓶中, 加 10ml 不含硫酸盐之盐酸 (比重 1.19) 及 10ml 甲醛溶液。用表玻璃盖好瓶口, 在水浴上小心加热至气泡开始发生, 即浸入冷

水中冷却，待瓶内气体剧烈发生停止后，在水浴上加热半小时，将溶液移至瓷皿中蒸发。然后将带沉淀之瓷皿置于烘箱内，維持 105~110° 烘干，直至凝聚为硬块。逐渐提升烘箱的温度至 180°，維持此温度若干时后，即移至直接火上灼烧，将灼烧之残渣溶于 20~30ml 水中，以 1 ml 盐酸（比重 1.12）酸化，以滤纸过滤，用冷水洗涤至不含氯根为止。然后将滤液以水稀释至 100ml，加热至沸騰，再加 5 ml 氯化銀溶液。靜置 18~20 小时后，用瓷过滤坩埚过滤之，洗涤至洗液不含氯为止。干燥并将残渣灼烧至恒量。

如灼烧后残渣之重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品.....2.4 mg

“分析純”样品.....4.8 mg

“純”样品.....7.2 mg

9. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，4 N 溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4 N 溶液。

异戊醇，ГОСТ. НКТЛ 7670/662。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

取 12.5ml 溶液 1 (根据第 7 条) 加 23ml 水，0.25ml 盐酸溶液，4 ml 硫氰化鉍溶液及 10ml 异戊醇，小心混合之。

如試液中异戊醇层之顏色不深于标准溶液中异戊醇所生成顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液为于同体积內含有 0.25ml 盐酸，4 ml 硫氰化鉍，10ml 异戊醇及下列 Fe 量：

“化学純”样品.....0.005 mgFe

“分析純”样品.....0.01 mgFe

“純”样品.....0.025 mgFe

10. 硫化氢組重金属(Pb)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

醋酸钠，ГОСТ 199—41。

硫化氢水溶液，ГОСТ 4517—48，新配制者。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

取 12.5ml 溶液 1 (根据第 7 条) 中，加 12.5ml 水，0.5ml 冰醋酸，1g 醋酸钠，10 分钟后再加 5 ml 新配制之硫化氢水溶液。

如試液所呈现之顏色，不深于标准溶液之顏色时，則認為样品符合标准。該标准溶液为于同体积內含有 0.5ml 冰醋酸，5 ml 硫化氢水溶液，1g 醋酸钠及下列 Pb 量：

“化学純”样品.....0.01 mg Pb

“分析純”样品……………0.025 mg Pb

“純”样品……………0.5 mg Pb

11. 鎂与碱金属(硫酸盐)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19。

草酸, OCT 4104, 4%溶液。

氨水, 不含碳酸, 按ГОСТ 4517—48 配制, 1:2 的稀溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84。

蒸餾水。

二) 測定手續

將12.5ml 溶液1 (根据第7条) 加到400~500ml 的錐形瓶中, 再加 87.5ml 水, 5 ml 盐酸, 加热至沸, 再加 100ml 草酸溶液。冷却后, 將小块石蕊試紙投入溶液, 以氨水小心中和, 加水至 250ml, 靜置 4 小时。

由澄清之溶液中滤出125ml, 收集滤液于250~300ml 的蒸发皿中, 置水浴上蒸发至干, 然后置烘箱中于120°C 烘干。再置沙浴上加热, 然后在直接火上微灼烧, 以排除鉍盐。將冷却后之残渣, 以10 滴硫酸及数 ml 水处理。所得溶液先置于水浴上蒸发, 然后在直接火上蒸发直至硫酸烟排尽为止, 再輕微灼烧, 以 3~5 ml 水溶解残渣, 并置水浴上蒸发。重复此手續三次, 再溶残渣于水, 过滤, 收集滤液于已秤重量之皿中。蒸发至干, 再小心灼烧至恒重。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1.3mg

“分析純”样品……………5 mg

“純”样品……………10mg

注: 做个別試驗, 以所得溶液修正試剂中鎂及硷金属的計算含量。

12. 酸度試驗

一) 需用試剂及溶液:

碳酸鈉, ГОСТ 83—41, 1N 溶液。

甲基橙, 0.1%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取10ml 溶液1, (根据第7条), 加10ml 水及 1 滴甲基橙溶液。

如果溶液所呈现之粉紅色改变而所消耗之硫酸鈉溶液不超过 0.05ml (一滴) 时, 則認為样品符合标准。

IV. 包装及标志

13. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为: 1 或 6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 3210—46
	試 剂	
	硫 酸 鈣	Л 5 1 組

硫酸鈣为白色小結晶形粉末，微溶于水。

分子式： $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量 (根据1941年国际原子量)——172.17。

工. 技术条件

1. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	規 格	
	“分 析 純”	“純”
(1)一、盐酸不溶物	0.025	0.05
(2)二、氯化物 (Cl^-)	0.005	0.01
(3)三、銨盐 (NH_4)	0.01	0.03
(4)四、鎂及砷金属	0.2	0.5
(5)五、硫化氢組重金属 (Pb)	0.001	0.002
(6)六、鉄 (Fe)	0.0005	0.001

II. 取 样

2. 将交来的每批样品逐瓶作外观检查。

3. 从每批10%中取样，但当小批时亦不得少于两瓶。

4. 自选出之瓶中按含試剂数量的多寡比例取出一定量之試样，置入清洁，干燥之磨口瓶中。小心混合之。

取样总量不得少于125g。

5. 将所得平均試样等量分置于二清洁，干燥磨口瓶中。瓶上貼以标签并注明：出品厂名称、試剂名称、品級(“分析純”或“純”)、出品日期、批号、取样日期及地点。

送一瓶样品至工厂实验室进行分析，将另一瓶封口，保存两个月以备仲裁分析之用。

仲裁分析之实验室由双方協議选定之。

III. 測定方法

6. 盐酸不溶物含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46。

蒸餾水。

二) 測定手續

以 170g 水与 20ml 盐酸(比重1.12)的混合液溶解 4g 本样品，用 №4 玻璃过滤坩埚过滤

苏联保健部提出

全苏标准委员会批准

实 施 日 期

1946年6月19日

1946年9月1日

之。用 100ml 热水洗滌滤紙上的沉淀，置烘箱內于 105°C 烘干至最后两次称量之差不大于 0.0002g 为止。

如干燥沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”.....1.0 mg

“純”.....2.0 mg

将滤液及洗液以水稀释至 200ml，并保存以备鎂及砷金属测定之用(參看第 9 条)。

7. 氯化物含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，OCT HKTP 2689。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 的溶液。

氯化鈉，化学純品，OCT HKTP 7396/550。

蒸餾水。

含氯离子的溶液——在水中溶解稍加灼烧之氯化鈉 1.648 g，并以水稀释至 1^l。取其 5 ml 用水稀释至 250ml。

1 ml 所配溶液含有 0.02mg 氯离子。

二) 測定手續

称取样品 10g，称准至 0.01 g，加 70ml 水煮开，溶液冷却后过滤，以水在漏斗上洗滌沉淀(洗三次，每次 10ml)并收集滤液及洗液于 100ml 量瓶內。

将烧瓶中溶液用水稀释至刻度。本测定以及鉍盐含量之测定均应用此溶液(參看第 8 条)。

取此溶液 4 ml，加 6 ml 水、1 ml 硝酸(比重 1.15)及 1 ml 0.1N 硝酸銀溶液。

同时应配制标准溶液，标准溶液为同体积內含有 1 ml 硝酸(比重 1.15)及 1 ml 0.1N 硝酸銀溶液及 Cl 量：

“分析純”.....0.02mg 氯离子

“純”.....0.04mg 氯离子

如試液所呈现之乳色經十分鐘后不深于标准溶液之乳色时，則認為样品符合标准。

8. 鉍盐含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

碘化鉀，OCT HKTP 7384/538。

苛性鉀，OCT 17374—40。

碘化亚汞。

硫酸鉍，OCT 5120。

蒸餾水。

納氏(Несслер)試剂——将碘化鉀 2.0g 溶于 5 ml 水，加热，分数次加少量之碘化亚汞，直至其不复溶解为止(約 3.2g)。于所得溶液中加 20ml 水及 40g 苛性鉀，使澄清并經石棉过滤之。

含鉍离子之溶液——于水中溶解于 100°C 烘干之硫酸鉍 3.663g，以水稀释至 1^l，取其 10ml 以水稀释至 100ml。

1 ml所配溶液中含有0.1ml 鉍离子。

二) 測定手續

取測定氯离子含量时所配制之溶液10ml(參看第7条), 加30ml 水及2 ml 納氏試剂, 小心混合之。

同时应配制标准溶液, 标准溶液为同体积内含有2 ml 納氏試剂及下列鉍离子:

“化学純”.....0.1mg 鉍离子

“純”.....0.3mg 鉍离子

如試液所呈现之顏色不深于标准溶液的顏色时, 則認為样品符合标准。

9. 鎂及硷金属含量之測定

一) 应用試剂:

氨水, OCT 17403—38, 10%溶液。

草酸鉍, OCT 2758。

硫酸, OCT HKTH 3573。

蒸餾水。

二) 測定手續

取100ml 測定盐酸中不溶物質含量时(參看第6条)所配制之热溶液, 加10%的氨水至呈硷性反应, 然后加草酸鉍溶液至鈣完全沉淀。将液体以水稀释至250ml, 靜置4小时, 过滤, 收集125ml 滤液于鉍皿中, 置鉍皿于水浴上蒸发至干。在烘箱内于120°C 烘干, 然后在直接火上排除鉍盐, 最后輕微灼烧皿内沉淀。

冷却后, 以10 滴硫酸(比重1.84)及数 ml 水处理残渣, 先于水浴上蒸发, 随后小心地置直接火上, 直至硫酸烟排尽为止。

輕微灼烧沉淀后, 分两次加水, 每次2~3 ml, 于水浴上蒸发, 以10ml 水溶解沉淀, 过滤, 将滤液收集于已秤重量之皿中, 蒸发至干并小心灼烧。

如灼烧过残渣的重量不大于下列数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”.....2 mg

“純”.....5 mg

10. 硫化氢組重金属含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

醋酸, ГОСТ 61—40。

醋酸鉛, ГОСТ 1027—41。

新配制硫化氢水溶液。

蒸餾水。

含鉛溶液——取1.831g 新重結晶化学純之醋酸鉛, 溶解于加有1 ml 冰醋酸之水中, 加水稀释至1, 取其5 ml 加水稀释至250ml。

1 ml 所配溶液中含有0.02mg 鉛, 溶液須在配制之当日使用。

二) 測定手續

秤取本样品3 g秤准至0.01g, 加热溶解于30ml 30%的醋酸溶液中, 过滤, 并于20ml 滤液内加5 ml 新配制之硫化氢水溶液。

同时要配制标准溶液，标准溶液为同体积内含有23ml 30%醋酸溶液，5 ml 硫化氢水溶液及下列 Pb 量：

“化学純”.....0.02 mgPb

“純”.....0.04 mgPb

如試液所呈现之顏色經10分钟不深于标准溶液的顏色时，則認為样品符合标准。

11. 鉄含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，OCT HKTP 2689。

异戊醇，OCT HKTP 7670/662。

硫氰化鉍，OCT 5179，10%溶液。

硫酸，OCT HKTP 3575。

鉄鉍矾，OCT 2904。

蒸餾水。

含鉄溶液——取 0.8635 g 新重結晶化学純之鉄鉍矾溶解于水中，再加 4 ml 硫酸(比重 1.84)，加水稀释至 1 l，取其 10ml 加水稀释至 100ml。

1 ml 溶液中含有 0.01mg 鉄。

二) 測定手續

称取样品 2 g 精确至 0.02g，于沸騰时溶于 15ml 水与 10ml 硝酸(比重 1.15)之混合液中。冷却后过滤，移入 100ml 带磨口塞之量筒内。于量筒内加 10ml 异戊醇，10ml 10% 硫氰化鉍溶液，小心混合之。

同时应配制标准溶液，标准溶液为同体积内含有 4.5ml 硝酸，0.5ml 硫酸(比重 1.84)，10ml 异戊醇，10ml 10% 硫氰化鉍及鉄量：

“化学純”.....0.01 mg 鉄

“純”.....0.02 mg 鉄

如試液中醇层所呈现之顏色不深于标准溶液的顏色时，則認為样品符合标准。

IV. 包装及标志

12. 将硫酸鈣包装于具有严密玻璃磨口塞或适当的严密木塞之玻璃瓶中。每瓶淨重自 250g 至 2 kg (間隔为 250g)。将軟木塞由下往上包以油用紙。塞上封以石腊，再包以油紙。

13. 在瓶上貼标签并注明：出品厂名称，試剂名称，品級(“化学純”或“純”)，出品日期，淨重，分析項目及“ГОСТ 3210—46”。

代 替：

OCT HKTP 2689 代替 ГОСТ 4461—48。

OCT HKTP 7396/550 代替 ГОСТ 4233—48。

OCT HKTP 7384/538 代替 ГОСТ 4232—48。

OCT 17374—40 代替 ГОСТ 4203—48。

OCT 5120 代替 ГОСТ 3769—47。

試 劑。 硫 酸 鈣

ГОСТ 3210—46

OCT 17403—38 代替 ГОСТ 3760—47。

OCT НКТП 3573 代替 ГОСТ 4204—48。

OCT 5179 代替 ГОСТ 3768—47。

OCT 2904 代替 ГОСТ 4205—48。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4530—48
	試 剂	代 替 ОСТ НКТП 6279/264
	碳 酸 鈣	Л 5 1 組

碳酸鈣为白色粉末；不溶于水。

分子式：CaCO₃。

分子量(根据1947年国际原子量)——100.09。

工. 技 术 条 件

1. 硷性—

“分析純”样品……………必須符合于第11条試驗；

“純”样品……………不定。

2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 盐酸不溶物	0.01	0.03
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.01
(3) 硫酸盐(SO ₄)	0.01	0.05
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.002	0.01
(5) 鉄(Fe)	0.005	0.01
(6) 硷金属(成硫酸盐)	0.05	不定
(7) 鎂及硷金属(成硫酸盐)	不定	1

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品总重不得少于0.2 kg。

III. 测 定 方 法

4. 盐酸不溶物含量之測定

称取25g 样品，称准至0.01g，置于烧杯中，以30ml 水湿润之，然后将約 70ml 盐酸 (ГОСТ 3118—46，比重1.12) 分数次加入至样品全部溶解，快完时将溶液加热至沸騰。

将烧杯用表玻璃盖上，在水浴上加热一小时，然后在玻璃或瓷过滤坩堝上过滤。用热水洗清沉淀，并在105°~110°C 干燥至恒重。

如沉淀量不超过下列数值时，則認為样品符合标准。

“分析純”样品……………2.5 mg

“純”样品……………7.5 mg

不含洗液的滤液加水至 100ml，并保存以备下面試驗之用——溶液 1 (參看 7， 8 及 10 条)。

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年12月6日	1949年6月1日

試 劑。 碳 酸 鈣

ГОСТ 4530—48

5. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, “化学純”, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1 溶液。

蒸餾水。

含Cl⁻溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

称取 1 g 样品称准至 0.01g, 以 10ml 水湿润之, 并将約 4.5ml 硝酸分数次小心加入至样品全部溶解。将溶液加热至沸騰, 再加入 1 ml 硝酸, 用經热水洗过的漏斗过滤, 并加入 1 ml 硝酸銀溶液。

如試液所呈现的乳色經 20 分钟不深于标准溶液所呈现的乳色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有 1 ml 硝酸, 1 ml 硝酸銀溶液, 及下列 Cl 量:

“分析純”样品 0.02 mg Cl

“純”样品 0.1 mg Cl

6. 硫酸盐(SO₄) 含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10 溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取 5 g 样品称准至 0.01g, 以 20ml 水湿润之, 并将約 14ml 不含 SO₄ 的盐酸分数次小心加入至样品全部溶解。将溶液加热至沸騰, 再加入 1 ml 盐酸, 过滤, 并于滤液中加水稀释至 100ml。加热至沸騰, 加入 5 ml 氯化銀溶液, 并靜置 18—20 小时。将沉淀过滤到瓷过滤坩堝中, 干燥, 并灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”样品 1.2 mg

“純”样品 6 mg

注: 如盐酸含有 SO₄²⁻, 必須做校对实验加以校正。

7. 硫化氢組重金屬(Pb)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10% 溶液。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液, 按 ГОСТ 4517—48, 新配制的。

蒸餾水。

含 Pb²⁺ 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

将 4 ml 溶液 1 (參看第 4 条) 放在錐形瓶中, 投入小块石蕊試紙作为指示, 再小心用氨水中和。

加 0.5 ml 醋酸使呈酸性，以水稀釋至 25 ml，并加入 5 ml 硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色，經 10 分鐘，不深于標準溶液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。標準溶液為同體積內含有同量醋酸，硫化氫水溶液及下列 Pb 量：

“分析純”樣品……………0.02 mg Pb

“純”樣品……………0.1 mg Pb

8. 鐵 (Fe) 含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重 1.4。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4 N 溶液。

異戊醇，OCT HKTP 7670/662。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

于 2 ml 溶液 1 (參看第 4 條) 中加入 10 ml 水及 0.5 ml 硝酸。將溶液加熱至沸騰，至冷卻後移入 50 ml 量筒 (帶磨口塞)。于量筒內的溶液中加 4 ml 硫氰化鉍溶液，10 ml 異戊醇，加水至 50 ml，并小心混勻。

如試液中異戊醇層所呈現的顏色不深于標準溶液中異戊醇層所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。標準溶液為同體積內含有同量硝酸，硫氰化鉍，異戊醇及下列 Fe 量：

“分析純”樣品……………0.025 mg Fe

“純”樣品……………0.05 mg Fe

9. 礆金屬 (成硫酸鹽) 含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

氯化鉍，ГОСТ 3773—47，“化學純”。

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重 1.19。

草酸，OCT 4104，4 % 溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，1:2 的溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重 1.84。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取 8 g 樣品稱准至 0.01 g，與 1 g 氯化鉍混勻。將此混合物放在蓋着的鉑坩堝中，坩堝放在石棉板的小孔上，用小火灼燒 15 分鐘至氨停止放出，然後在直接火焰上灼燒 45 分鐘。使坩堝容物冷卻，以熱水洗入鉑皿中，并加熱至熔融物全部溶解。冷卻後，將溶液與沉淀一起移入量筒中，加水至 120 ml，并過濾，收集 90 ml 濾液放錐形瓶中。于濾液中投入一小塊石蕊試紙後用鹽酸中和，再加入 5 ml 同樣之鹽酸，加熱至沸騰，并加入 50 ml 草酸溶液。冷卻後，將溶液慢慢地用氨中和，加水至 150 ml，并使澄清。經 4 小時後，濾出 100 ml 液體，放于鉑皿中，在水浴上蒸發至干。在 120°C 的烘箱中干燥殘渣，排除鉍鹽，先在沙浴上加熱，再以直接火加熱，最後輕微地灼燒。冷卻後，將殘渣以 10 滴硫酸及數 ml 水處理之，蒸發，然後小心地在直接火上加熱至硫酸煙消失。

試 剂。 碳 酸 鈣

ГОСТ 4530—48

將皿中的殘渣溶于冷水中，過濾溶液至秤過的鉛皿中再小心地灼燒至恒重。
如灼燒過殘渣的重量對“分析純”樣品不超過 2 mg 時，則認為樣品符合標準。

注：在同樣條件下做一校對實驗，將應用試劑中鎂金屬含量校正以作測定結果。

10. 鎂及鎂金屬(成硫酸鹽)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重 1.19。

草酸，OCT 4104，4% 溶液。

氨水，不含碳酸(CO_2)，按 ГОСТ 4517—48 配制，1:2 的溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重 1.84。

蒸餾水。

二) 測定手續

于 400~500ml 錐形瓶中倒入 8 ml 溶液 1 (參看第 4 條)，加入 92ml 水，5 ml 鹽酸，加熱至沸騰，並加入 100ml 草酸溶液。冷卻，投入一小塊石蕊試紙，慢慢地用氨水中和，加水至 250ml，靜置 4 小時後，濾出 125ml 液體至鉛皿中，在水浴上蒸發至干，在 120°C 的烘箱中干燥殘渣，先在沙浴上加熱，然後在直接火上加熱以排除鉍鹽，最後輕微地灼燒。冷卻後，以 10 滴硫酸及數 ml 水處理。在水浴上將溶液蒸發，然後在直接火上加熱至硫酸煙消失，並輕微地灼燒。溶解殘渣于 3~5 ml 水中，並在水浴上蒸發。將這手續重復三次，然後將殘渣溶于水中，過濾溶液，收集溶液于秤過的鉛皿中。蒸發溶液至干，再小心地灼燒殘渣至恒重。

如灼燒殘渣的重量對“分析純”樣品不大于 10mg 時，則認為樣品符合標準。

注：在同樣條件下做一校對實驗，將應用試劑中鎂及鎂金屬的含量校正以作測定結果。

11. 礆性試驗

一) 需用試劑及溶液：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，0.1 N 溶液。

酚酞，OCT HKTH 2857，1% 酒精溶液。

蒸餾水，新制的。

二) 測定手續

秤取 3 g 樣品秤准至 0.01g，置于帶磨口塞瓶中。注入 30ml 溫水，振蕩 10 分鐘，冷卻，很快地過濾。于 20ml 濾液中加入 2 滴酚酞試劑。

如加入酚酞溶液所呈現的粉紅色因為加入 1 滴 0.1N 鹽酸溶液而消失時，則認為樣品符合標準。

IV. 包裝及標志

12. 樣品按 ГОСТ 3885—47 包裝及標志。包裝形式為 1 或 5。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 3204—46
	試 剂	
	磷 酸 氢 鈣	Л 5 1 組

磷酸氢鈣为白色粉末，稍溶于水，易溶于盐酸，硝酸及磷酸，难溶于醋酸。

分子式： $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1941年国际原子量)——172.10。

Ⅰ. 技术条件

1. 磷酸氢鈣($\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)含量不少于98.0%。
2. 灼烧减量：对“分析純”及“純”各样品为24~26%。
3. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	规 格	
	“分 析 純”	“純”
(1)、盐酸不溶物	0.005	0.01
(2)、氯化物 (Cl^-)	0.01	0.02
(3)、硫酸盐 (SO_4^{2-})	0.02	0.04
(4)、鉄(Fe^{+++})	0.0015	0.003
(5)、硫化氢沉淀的重金属 (Pb^{+++})	0.001	0.002
将交来的每六、砷 (As^{++})	0.001	0.002

Ⅱ. 驗 收 規 則

4. 将交来的每批样品逐瓶作外观检查。
5. 从每批的10%瓶中取样，但小批时，亦不得少于两瓶。
6. 自选出之瓶中，按含样品数量的多寡比例取出一定量之試样，置入清洁、干燥的磨口瓶中。并小心混匀之。取样的总重应不少于0.250kg。
7. 将所得平均試样等量分置于二清洁、干燥的严密磨口瓶中。瓶上貼以标签并标明出品厂名称，試剂名称，品級，出品日期，批号，取样日期及地点。将二瓶均封閉，送一瓶至工厂試驗室进行分析，将另一瓶保存两个月以备仲裁分析之用。仲裁分析試驗室由双方協議选定之。

Ⅲ. 試 驗 方 法

8. 磷酸氢鈣含量之測定

一) 需用試剂：

盐酸，ГОСТ 3118—46，1 N 的溶液。

苛性鈉，OCT 17375—40，1 N 的溶液。

甲基橙。

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1946年6月7日	1946年8月1日

試 劑。 磷 酸 氫 鈣

ГОСТ 3204—46

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取約 1 g 样品稱准至 0.0002g, 在 500ml 的瓶內用 30ml 1 N 的鹽酸溶解, 加入 200ml 水, 2~3 滴甲基橙溶液, 以 1 苛性鈉溶液滴定過剩的鹽酸。

1 ml 恰為 1 N 的鹽酸溶液相當於 0.1721g 磷酸氫鈣。

磷酸氫鈣的百分含量(X) 按下式計算:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0.1721 \cdot 100}{G}$$

式中:

V——所取恰為 1 N 的鹽酸溶液量, 以 ml 計;

V₁——滴定所用恰為 1 N 的氫氧化鈉溶液量, 以 ml 計;

G——样品重量, 以 g 計。

9. 灼燒減量之測定

稱約 1 g 样品置坩堝中, 稱准至 0.0002g, 放在石棉網上的帶蓋坩堝中小心烘干之, 逐漸加大火焰, 經一小時後再灼燒, 逐漸加大火焰, 至連續兩次稱重之差數不大於 0.0004g。

灼燒減量的百分數(X₁) 按下式計算:

$$X_1 = \frac{(G - G_1) \cdot 10}{G}$$

式中:

G——样品重量以 g 計;

G₁——灼燒後物質重量, 以 g 計。

10. 鹽酸不溶物之測定

一) 需用試劑:

鹽酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.12。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取 25g 样品, 稱准至 0.01g, 在 250ml 錐形瓶中用 50ml 鹽酸(比重 1.12) 溶解之。加入 100 ml 水, 在沸水浴上加熱一小時, 并用 №4 玻璃壓濾器過濾。以 100ml 水洗滌沉淀並在 105°C 干燥至連續兩次稱重(稱准至 0.0002g) 之差數不大於 0.0004g。沉淀重量應不超過:

“分析純”样品……………1.25 mg

“純”样品……………2.5 mg

注: 上述濾液以水稀釋至 250ml——溶液 a, 並保存以備測定硫酸鹽, 重金屬及磷之用。

11. 氯化物含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, OCT HKTH 2689, 比重 1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 的溶液。

氯化鈉“化學純”, OCT HKTH 7396/550。

蒸餾水。

含氯离子溶液。将 1.648 g 稍灼烧过的氯化鈉在 1 l 的量瓶中溶解于水，加水稀释至刻度——溶液 A。

加水使 5 ml 溶液 A 稀释至 250 ml——溶液 B。

1 ml 溶液 B 中含有 0.02 mg Cl^- 。

二) 測定手續

称取 5 g 样品，准确至 0.01 g，在 100 ml 錐形瓶中以 5 ml 硝酸溶解之，加 30 ml 水，經預先用热水洗过的滤紙过滤，加水稀释至 50 ml，并加 1 ml 0.1 N 的硝酸銀溶液。

所呈现之乳色經 10 分钟不得深于标准溶液之乳色。标准溶液为同体积中含有同量硝酸，硝酸銀，及氯量：

“分析純”样品……………0.05 mg Cl^- (2.5 ml 溶液 B)

“純”样品……………0.1 mg Cl^- (5 ml 溶液 B)

12. 硫酸盐含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重 1.12。

氯化銀，OCT HKTH 7394/548，5 % 的溶液。

硫酸鉀，“化学純”，OCT 5119。

蒸餾水。

含硫酸盐离子溶液。在 1 ml 量瓶中将在 100~105°C 将干燥过的硫酸鉀 1.814 g 溶解于水，并以水稀释至——溶液 A。

将 10 ml 溶液 A 加水稀释至 100 ml——溶液 B。

1 ml 溶液 B 中含有 0.1 mg SO_4^{2-} 。

二) 測定手續

于 10 ml 溶液 A 中(參看第 10 条)加入 3 ml “化学純”的盐酸，加水至 100 ml，加热至沸騰，并加入 3 ml 5 % 的氯化銀溶液。經 3 小时后，所形成的混浊不应大于标准溶液的混浊，标准溶液为同体积中含有同量的“化学純”盐酸，氯化銀及下列 SO_4^{2-} 量：

“分析純”样品……………0.2 mg SO_4^{2-} (2 ml 溶液 B)

“純”样品……………0.4 mg SO_4^{2-} (4 ml 溶液 B)

13. 鉄含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，OCT HKTH 2689，比重 1.15。

异戊醇，OCT HKTH 7670/662。

硫氰化鉍，OCT 5179，10 % 的溶液。

鉄鉍矾，“化学純”，OCT 2904。

硫酸，OCT HKTH 3573，比重 1.84。

蒸餾水。

含鉄离子溶液。在 1 l 量瓶中将 0.864 g “化学純”鉄鉍矾溶于以 4 ml 硫酸(比重 1.84)酸化的水中，以水稀释至——溶液 A。

将 10 ml 溶液 A 加水稀释至 100 ml——溶液 B

1 ml 溶液 B 含有 0.01mg Fe⁺⁺⁺。

溶液 B 仅在配制的当天有效。

二) 測定手續

称取 2g 样品称准至 0.01g, 放在烧杯中, 以 7 ml “化学純”硝酸和 20ml 水溶解之, 加热至沸騰, 过滤, 并以小量水洗滌滤紙。冷却后移入 100ml 帶磨口塞的量筒中, 加入 10ml 异戊醇, 10ml 10% 的硫氰化鉀溶液, 以水稀释至 60ml 并振蕩之。酒精层所呈顏色不应深于标准溶液中酒精层的顏色, 标准溶液为同容积中含有 2 ml 硝酸, 10ml 10% 的硫氰化鉀, 10ml 异戊醇及——鉄量:

“分析純”样品.....0.03mg Fe⁺⁺⁺(3 ml 溶液 B)

“純”样品.....0.06mg Fe⁺⁺⁺(6 ml 溶液 B)

14. 重金属含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

醋酸鈉, ГОСТ 199—41。

醋酸鉛, “化学純”, ГОСТ 1027—41。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

蒸餾水。

含鉛离子溶液。在 1 l 量瓶中將新重結晶的醋酸鉛 1.831g 溶解于以 1 ml 冰醋酸酸化之水中, 并加水稀释至刻度——溶液 A。

將 5 ml 溶液 A 加水至 500ml——溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.01mg Pb⁺⁺。

溶液 B 仅在配制的当天有效。

二) 測定手續

于 20ml 溶液 a 中(參看第 10 条), 加入 2g 醋酸鈉, 并往透明的溶液中立刻加入 10ml 新配制的硫化氫水溶液, 所呈之顏色, 經 10 分钟 后, 不应深于标准溶液之顏色, 标准溶液为同容积中含有 1 ml 冰醋酸, 10ml 硫化氫水溶液及鉛量:

“分析純”样品.....0.02mg Pb⁺⁺(2 ml 溶液 B)

“純”样品.....0.04mg Pb⁺⁺(4 ml 溶液 B)

15. 砷含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

硫酸銅, OCT 10538—39, 1 % 的溶液。

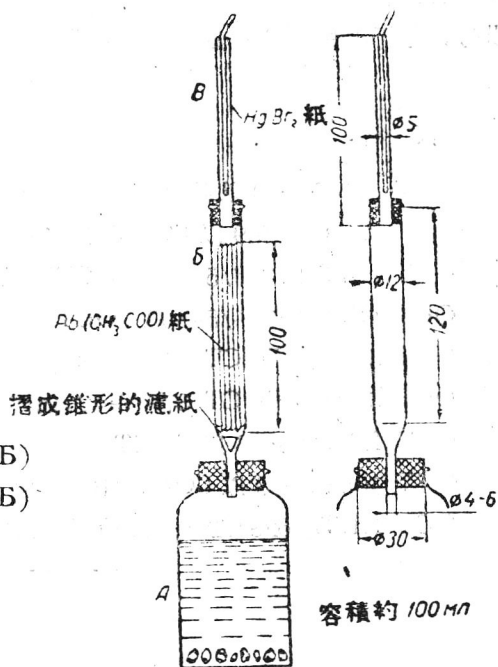
硫酸, OCT HKTII 3573, 1 : 4 的溶液。

不含砷的金属鋅, ГОСТ 989—41。

氯化汞, (升汞), OCT HKTII 6281/266。

苛性鈉, OCT 17375—40, 10 % 的溶液。

白色玻璃状无定形砷, ГОСТ 1937—43。



蒸餾水。

含砷离子溶液。在 1 l 量瓶中将 1.320 g As_2O_3 溶于少量 10% 的氢氧化鈉溶液中，加水稀释至刻度——溶液 A。

将 20ml 溶液 A 加水至 1 ml——溶液 B。

1 ml 溶液 B 中含 1.02mg As^{+++} 。

二) 需用仪器：

Зангер—Блэк 氏仪器——参看上图。

三) 測定手續

将 30ml 溶液 A 中(参看第 10 条)放入庄格尔—布列克(Зангер—Блэк)氏装置中，加入 1 滴 1% 的硫酸銅溶液，25ml 硫酸(1:4)及 7 g 不含砷的小鋅块；經 1~1.5 小时，升汞試紙所呈顏色不应深于在同条件下标准溶液所呈现的顏色；标准溶液为同体积中含同量酸；不含砷的鋅；硫酸銅及如砷量：

“分析純”样品……………0.03mg As(1.5ml 溶液 B)

“純”样品……………0.06mg As(3.0ml 溶液 B)

IV. 包装及标志

16. 将本样品装于玻璃瓶中，盖以严密磨口玻璃塞或上等軟木塞，淨重从 0.25 至 2 kg(每类包装淨重間隔 0.250kg)。軟木塞底下用紙保护，上面以石腊封閉，并以油紙包扎。

17. 在每一瓶上貼以标签并注明：出品工厂名称，試剂名称，品級，出品日期，淨重，批号，分析項目，檢驗者簽証，及 ГОСТ 3204—46。

代 替：

ОСТ 17375—40 以 ГОСТ 4328—48 代替。

ОСТ НКТП 2689 以 ГОСТ 4461—48 代替。

ОСТ НКТП 7396/550 以 ГОСТ 4233—48 代替。

ОСТ НКТП 7394/548 以 ГОСТ 4108—48 代替。

ОСТ 5119 以 ГОСТ 4145—48 代替。

ОСТ 5179 以 ГОСТ 3768—47 代替。

ОСТ НКТП 3573 以 ГОСТ 4204—48 代替。

ОСТ 10538—39 以 ГОСТ 4165—48 代替。

ОСТ НКТП 6281/266 以 ГОСТ 4519—48 代替。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4161—48
	試 剂	代替 OCT BKC 5458
	粒 狀 氯 化 鈣	Л 5 1 組

粒状氯化鈣为多孔的白色小块，直径3—5 mm，在空气中潮解，可溶于水。

分子式： $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——147.03。

工. 技 术 条 件

1. CaCl_2 含量不小于74%。
2. 硷性——应符合第6条之試驗。
3. 容許杂质的最大含量以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 鉄(Fe)	0.002	0.005
(2) 鎂及硷金属(成硫酸盐)	0.3	0.5

II. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

所取試样总量不得少于 0.2kg。

III. 測 定 方 法

5. CaCl_2 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N的溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，0.1N的溶液。

鉄鉍矾，ГОСТ 4205—48。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品約 5g，称准至 0.0002g，置于500ml量瓶中，以少量水溶解，并加水至刻度。

于 100ml量瓶中放入25ml所得溶液，加入10ml硝酸及50ml硝酸銀溶液。將量瓶用力振蕩至沉淀凝聚成块，然后加水至刻度。

將液体用干滤紙滤到干的瓶中，弃去上面10ml滤液。

將 50ml 滤液以硫氰化鉍溶液滴定，用鉄鉍矾为指示剂。

CaCl_2 含量的百分数(X)按下式計算：

化学工业部提出	全苏标准委員會批准 1948年5月6日	实 施 日 期 1949年6月1日
---------	------------------------	----------------------

$$X = \frac{(50 - 2v) \cdot 0.0055495 \cdot 500 \cdot 100}{G \cdot 25} = \frac{11.099(50 - 2v)}{G}$$

式中：

v——恰为 1N 的硫氰化鉍溶液于滴定时之消耗量，以 ml 計；

G——样品重量，以 g 計；

0.0055495——CaCl₂量：相当于 1 ml 硝酸銀 0.1N 溶液之体积，以 g 計。

6. 硷性試驗

一) 需用試剂及溶液：

盐酸：ГОСТ 3118—46，0.1N 的溶液。

酚酞按，OCT HKTH 2857，1% 的溶液。

蒸餾水，不含 CO₂，按 ГОСТ 4517—48 配制。

二) 測定手續

称取 5g 样品，称准至 0.01g，溶于 50ml 水中。于溶液中加入 2 滴酚酞并以盐酸溶液滴定。

如果被滴定的溶液之顏色因加入下列 HCl 量而消失，則認為样品合于标准：

“分析純”样品………不超过 0.3ml 0.1N 之 HCl 溶液

“純”样品………不超过 0.7ml 0.1N 之 HCl 溶液

7. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重 1.4。

盐酸，ГОСТ 3118—46，4N 之溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4N 之溶液。

异戊醇，OCT HKTH 7670/662。

蒸餾水。

含 Fe⁺⁺⁺ 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

称取 25g 样品，称准至 0.01 g，溶于小量水中，并加水至 100ml。将溶液过滤，此滤液供下列測定之用(溶液 1)。

于 4ml 溶液 1 中加 20ml 水，0.5ml 硝酸，加热至沸，冷却后，移入 50ml 量筒中，(带磨口塞)使量筒中的溶液用 0.25ml 盐酸酸化，加入 4ml 硫氰化鉍溶液，10ml 异戊醇，加水至 50ml，小心振蕩之。

如試液所呈之顏色不深于标准溶液中异戊醇层的顏色，則認為样品符合标准。标准溶液为同容积内含有同量盐酸，硝酸，硫氰化鉍，异戊醇及下列 Fe 量：

“分析純”样品………0.02mg Fe

“純”样品………0.05mg Fe

8. 鎂及硷金属含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重 1.19。

草酸，OCT 4104，4% 的溶液。

試 劑。 粒 狀 氯 化 鈣

ГОСТ 4161—48

氨水，不含碳酸(CO_2)，按ГОСТ 4517—48配制，1:2 的稀溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

蒸餾水。

二) 測定手續

將 12ml 溶液 1 (參看第 7 條) 放入 400—500 ml 形瓶中，加入 88ml 水，5ml 鹽酸，加熱至沸騰並加入 100ml 草酸溶液。冷卻後，在溶液中放入一小塊石蕊試紙，並小心地以氨中和，加水至 250ml，並使放置 4 小時。

將剩下的溶液過濾，取 125ml 濾液置於 250—300ml 皿中，在水浴上蒸發至干，在 120°C 的烘箱中烘乾，在沙浴上加熱趕走鉍鹽，並在直接火上微灼燒皿中含物。將冷卻後之殘渣以 10 滴硫酸及數毫升水處理之。將溶液先在水浴上蒸發，然後在直接火上燒至趕走硝酸煙，並輕微地灼燒。以 3—5 ml 水溶解殘渣，並在水浴上蒸發。將後一操作重復三次，然後將殘渣溶於水中，過濾，同時收集濾液於秤過的蒸發皿中。蒸發濾液至干，並小心地灼燒殘渣至恒重。

如灼燒過殘渣的重量不超過下列數值時，則本樣品認為符合標準：

“分析純”樣品……………4.5ml

“純”級樣品……………7.5ml

注：所用段劑中鎘及砷金屬含量應作個別試驗測定以校正計算結果。

IV. 包 裝 及 標 誌

9. 樣品之包裝及標誌按 ГОСТ 3885—47 進行之。包裝形式為 1 或 6。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4141—48
	試 剂	代替 OCT BKC 5459
	氯 化 鈣 (結 晶 狀)	Л 5 1 組

結晶狀氯化鈣可溶于水及酒精的无色結晶，在空气中潮解。

分子式： $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——219.09。

Ⅰ. 技术条件

1. 所含 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 不少于95%。
2. 酸度—应合于第六条試驗。
3. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.1
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.002	0.005	0.1
(3) 鋇(Ba)	0.002	0.005	0.1
(4) 鉄(Fe)	0.0001	0.0002	0.0005
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.001
(6) 鎂及砷金属(硫酸盐)	0.1	0.2	0.5

Ⅱ. 取 样

取样按 ГОСТ 3885—47进行。

所取样品总重量应不少于0.4kg。

Ⅲ. 测 定 方 法

一) 需用试剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—41，0.1N溶液。

鉄鉍矾，ГОСТ 4205—48。

蒸餾水。

二) 測定：

称取样品8g，称准至0.0002g，置于500ml量瓶內，溶解于少量水中，并以水稀释至刻度。置25所得溶液于100ml量瓶中，加10ml硝酸及50ml硝酸銀溶液。用力將瓶搖蕩至沉淀聚集成块，然后以水稀释至刻度。

用干燥滤紙將液体濾入干燥烧瓶中，弃去最先的10ml滤液。

以鉄鉍矾为指示剂，用硫氰化鉍溶液滴定50ml滤液。 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量之百分数(X)按

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年4月27日	1949年6月1日

下式算出：

$$X = \frac{(50-2v) \cdot 0.0109545 \cdot 500 \cdot 100}{G \cdot 25} = \frac{21.909(50-2v)}{G},$$

式中：

V——滴定时所消耗恰为0.1N 硫氰化鉍溶液之体积，以ml計：

G——样品的重量，以g計：

0.0109545——与1 ml恰为0.1N 硝酸銀溶液相当的 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 之量，以g計。

6. 酸度之測定

一) 需应用試剂及溶液：

氢氧化鈉，ГОСТ 4328—48，0.1N的溶液。

酚酞，OCT HKTP 2857，1%的溶液。

蒸餾水，新煮沸过，且在冷却时无碳酸气溶入。

二) 測定手續

称取样品，5g 称准至0.01g，溶解于100ml 水中，加2滴酚酞溶液，随后滴加氢氧化鈉溶液。

如紅色出现之前所滴入之0.1N 的NaOH 溶液量为下列数值，則認為样品符合标准：

“化学純”样品，不超过0.05ml

“分析純”样品，不超过0.05ml

“純”样品，不超过0.1ml

7. 水不溶物之測定

称取样品50g，称准至0.01g，置于烧杯内并溶解在100ml 的蒸餾水中。用表玻璃将烧杯盖上，在水浴上加热一小时并用玻璃或瓷过滤坩埚过滤。滤渣以热水洗涤并在105—110°C 干燥至恒重。

如滤渣重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品…………… 1 mg

“分析純”样品…………… 2.5mg

“純”样品…………… 5 mg

8. 硫酸盐(SO_4) 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.2。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%的溶液。

蒸餾水。

含有 SO_4 之溶液，按照ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

称取样品，100g 称准至0.01g，溶解于水，并以稀释至250ml。将溶液过滤，滤液(溶液1) 为进行下列測定之用(参看第9, 10, 11及12各条)。

加25ml 水，0.5ml 盐酸及2.5ml 氯化銀溶液至25ml 溶液1 内。

如試液所生成的混浊不大于标准溶液的混浊时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积内含10g 不含硫酸盐的氯化鈣，0.5ml 盐酸，2.5ml 氯化銀溶液，及下列 SO_4 量：

ГОСТ 4141—48

試 劑。 氯 化 鈣

“化学純”样品……………0.2mg SO₄“分析純”样品……………0.5mg SO₄“純”样品……………1 mg SO₄

9. 鋇(Ba)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

醋酸鈉, ГОСТ 199—41, 两份醋酸在三份水內。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

重鉻酸鉀, ГОСТ 4220—48, 10%的溶液。

蒸餾水。

含有 Ba⁺⁺之溶液按ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

于10ml 溶液 1 中加3ml 醋酸鈉溶液, 1 滴醋酸并每經十分鐘加2ml 重鉻酸鉀溶液。

如試液中所生成的混濁經15分鐘后, 不大于标准溶液中所生成的混濁时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有3ml醋酸鈉, 1 滴醋酸, 2ml 重鉻酸鉀溶液 4 g 不含鋇的結晶氯化鈣并含有 Ba 量:

“化学純”样品……………0.8mg Ba

“分析純”样品……………0.2mg Ba

“純”样品……………0.4mg Ba

10. 鐵(Fe)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.4。

盐酸, ГОСТ 3118—46, 4N的溶液。

硫氰化鉍, ГОСТ 3768—47, 4N的溶液。

异戊醇, OCT HKTH 7670/662。

蒸餾水。

含鐵溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

于2.5ml 溶液 1 中(參看第8节)加入10ml水, 0.5ml 硝酸, 將溶液加热至沸, 冷却, 移入50ml玻璃量筒內(帶磨口塞)內。加2.5ml盐酸使溶液呈酸性, 加4ml 硫氰化鉍溶液, 10ml 异戊醇, 以水稀釋至50ml 并小心搅动。

如試液醇液层的顏色不深于标准溶液醇液层的顏色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同容积内含同量盐酸及硝酸, 硫氰化鉍, 异戊醇及下列Fe量:

“化学純”样品……………0.001mg Fe

“分析純”样品……………0.002mg Fe

“純”样品……………0.005mg Fe

11. 硫化氢組重金屬(Pb)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—46。

硫化氫水溶液，ГОСТ 4517—48，新配制的。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

于12.5ml 溶液1(參看第8条)內加12.5ml水，0.5ml醋酸及5ml 硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色不深于标准溶液之顏色時，則認為样品符合标准。标准溶液为同容積內含0.5ml醋酸，5ml硫化氫水溶液及下列 Pb 含量：

“化学純”样品……………0.01 mg Pb

“分析純”样品……………0.025mg Pb

“純”样品……………0.05mg Pb

12. 鎂及金属(成硫酸盐)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

草酸，OCT 4104，4%的溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

氨水，含碳酸，(CO_2)，按 ГОСТ 4517—48配制，1:2的稀溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

将 1.25ml 溶液1(見第8条)注入400—500ml 之圓錐瓶內，加入 87.5ml 水，5ml 盐酸，加热至沸并加入100ml 草酸溶液。冷却后，放石蕊試紙条于溶液中，小心的以氨水中和，加水至250ml并靜置4小时。将溶液过滤，将125ml 滤液置于250—300 ml 之蒸发皿中，在水浴上蒸发至干，放入烘箱內在 $120^{\circ}C$ 烘干并赶走鉍盐，起初于沙浴上加热，随后于直接火上輕微灼烧，残渣冷却后以10滴硫酸及少許ml的水处理。将溶液蒸发，先在水浴上后在直接火上直到放出硫酸烟并繼續輕微灼烧。将残渣溶解于3—5ml 水并在水浴上蒸发。最后的操作进行三次，然后，以水溶解残渣，将溶液过滤，滤液收集到秤过的蒸发皿中。将滤液蒸发至干并小心灼烧至恒重。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品合格：

“化学純”样品……………2.5mg

“分析純”样品……………5 mg

“純”样品……………12.5mg

注：将由个别試驗所得的需用試剂鎂中及鉍金屬的含量，在測定時須做校正。

IV. 包 装 及 标 誌

13. 样品包装及标志按 ГОСТ 3885—47进行之。包装形式同1或6。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4460—48
	試 剂	代替 OCT BKC 5457
	熔 融 氯 化 鈣	Л 5 1 組

熔融氯化鈣为白色小棒或小块，在空气中潮解；易溶于水。

分子式： $CaCl_2$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—110.99。

Ⅰ. 技 术 条 件

1. $CaCl_2$ 含量不少于93%。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：
 - 一) 硷度[$Ca(OH)_2$]..... 1
 - 二) 鎂及硷金属(硫酸盐).....0.5

Ⅱ. 取 样

3. 取样按照 ГОСТ 3885—47 进行。
所取样品的总重不得少于0.2 kg。

Ⅲ. 测 定 方 法

4. $CaCl_2$ 含量之測定

一) 需用试剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48。比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，0.1N溶液。

鉄鉍矾，ГОСТ 4205—48。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品約4.4g，称准至0.0002g，置于500ml量瓶中，溶解于水并加水至500ml，將25ml所得溶液移入100ml的量瓶中，加10ml硝酸及50ml硝酸銀溶液。

將量瓶与其含物用力搖蕩至沉淀凝聚成块，以水將溶液稀释至100ml。溶液用干燥滤紙过滤，弃去最先的10ml并将50ml滤液收集于干燥瓶中，以鉄鉍矾作指示剂用硫氰化鉍溶液滴定滤液。

$CaCl_2$ 含量之百分数(X)按下式算出：

$$X = \frac{(50 - 2v) \cdot 500 \cdot 100 \cdot 0.005495}{G \cdot 25} = \frac{11.098(50 - 2v)}{G}$$

式中：

V——滴定时消耗的恰为1N硫氰化鉍溶液之体积，以ml計：

G——样品重量，以g計：

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实施日期
	1948年11月9日	1949年6月1日

試 劑。 熔 融 氯 化 鈣

ГОСТ 4460—48

0.0055495——相当于1 ml 恰为0.1N 硝酸銀溶液之 CaCl_2 的量，以g計。

5. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 含硷度之測定

一) 需用試劑及溶液:

酚酞, OCT-HKTH 2857, 1%的酒精溶液。

盐酸, ГОСТ 3118—46, 0.1N 溶液。

蒸餾水, 不含碳酸(CO_2), 按 ГОСТ 4517—48配制。

二) 測定手續

称取2g样品, 称准至0.0g 并溶解于50ml 水中, 加2滴酚酞試剂于溶液中并以盐酸溶液滴定。

在滴定时, 溶液的紅色消失前所消耗的盐酸量如不多于54. ml, 認为样品符合标准。

6. 鎂及硷金属(硫酸盐)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.19。

草酸, OCT 4104, 4%的溶液。

氨水, 不含碳酸(CO_2), 按ГОСТ 4517—48配制。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品2g, 称准至0.01g, 置于400—500ml 錐形瓶中, 溶解于100ml 水內。加5ml 盐酸使溶液呈酸性, 加热至沸并加入 100ml 草酸溶液, 冷却后于溶液中加入石蕊試紙条并以氨水緩慢中和。用水将溶液体积稀释至250ml 并靜置4小时。其后将溶液过滤, 收集125ml 滤液于250—300ml 的蒸发皿中, 在水浴上蒸发至干, 置烘箱內在 120°C 使干燥并繼之在砂浴上及直接火上加热而在将近終了时微微灼烧以驅除銨盐。放冷后以10滴硫酸及不多 ml 的水处理残渣。将液体在水鍋上蒸发, 随后小心的在直接火上加热至放出硫酸烟并輕微灼烧。残渣以3—5ml 水处理三次, 每次均于水鍋上蒸发并于最后溶残渣于水, 滤过, 将滤液收集到称过的蒸发皿中。滤液蒸发至干并小心的将残渣灼烧至恒重。

如灼烧残渣的重量不超过5mg, 則認为样品符合标准。

注: 将由校对試驗所得需用試剂中鎂及硷金属的含量, 于測定結果时加校正。

IV. 包装及标志

7. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式同1或6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4238—48
	試 剂	代替 OCT 2903
	鋁 鉍 矾	Л 5 1 組

鋁鉍矾为无色透明的結晶。

分子式： $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—453.33。

工. 技术条件

1. 容許杂质的最大含量, 以%計

杂质名称	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.004
(3) 鉄(Fe)	0.0005	0.001
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0005	0.001
(5) 砷(As)	0.00005	0.0001
(6) 砷及砷土金属	0.1	0.2

II. 取 样

2. 取样按ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品的总重量不得少于0.4kg。

III. 測定方法

3. NH_4 含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

氢氧化鈉, ГОСТ 4328—48, 10% 的溶液及0.2N的溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 0.2N 的溶液。

甲基紅, OCT НКТП 2875, 0.1% 的酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品約3.6g, 称准至0.0002g, 溶于200ml水中。于此溶液中加入15ml預先煮沸排出 NH_3 的氢氧化鈉溶液, 并迅速蒸去半量的溶液, 以50ml 恰为0.2N 的硫酸溶液 吸收被放出的烟。以甲基紅为指示剂用氢氧化鈉溶液将过量的硫酸返滴定。

NH_4 含量之百分数(X) 按下式計算:

$$X = \frac{(50-V) \cdot 0.003608 \cdot 100}{G} = \frac{0.3608(50-V)}{G}$$

式中:

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实施日期
	1948年6月30日	1949年6月1日

試 剂。 鋁 . 銨 . 矾

ГОСТ 4238—48

V——在滴定时所消耗恰为0.2N的苛性鈉之体积，以ml計：

G——样品重量，以g計；

0.003608——相当于1ml恰为0.2N硫酸溶液的 NH_4 含量。

注： NH_4 在矾中之理論含量为5.98%。

4. 水不溶物含量之測定

称取样品50g，称准至0.01g并溶于400ml之水中。将溶液在水浴上加热1小时，并用玻璃或瓷过滤坩埚过滤。以热蒸餾水洗滌滤紙上的沉淀，并在105—110°C烘干至恒重。

如残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准。

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

5. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N的溶液。

含有Cl之溶液，按照ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取2g样品，称准至0.01g并溶于40ml水中。将溶液过滤并于滤液中加入2ml硝酸及1ml硝酸銀溶液。

如試液所呈现之乳色經20分钟不深于标准溶液的乳色时，則認為样品符合标准。标准溶液为在同体积内含同量的硝酸，硝酸銀，并含有下列Cl量：

“分析純”样品……………0.02mgCl

“純”样品……………0.08mgCl

注：将硝酸銀溶液同时加到被比較的各溶液中。

6. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

硫酸，ГОСТ 4204—48，4N的溶液。

硫氰化銨，ГОСТ 3768—47，4N的溶液。

异戊醇，OCT HKTP 7670/662。

含有 Fe^{+++} 之溶液按ГОСТ 4212—48配制

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品1g，准确至0.01g并溶解于加有0.5ml硝酸酸化的30ml水中，同时加热至沸，冷却后，将溶液移入带磨口塞之50ml的量筒中，加入0.25ml硫酸溶液，4ml硫氰化銨溶液，10ml异戊醇，加水稀释至50ml并充分搖蕩。

如試液醇层所呈现的顏色不深于标准溶液醇层的顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液为在同体积内含同量的硝酸及硫酸，硫氰化銨溶液，异戊醇，又下列Fe量：

“分析純”样品……………0.005mgFe

“純”……………0.01mgFe

注：比色于搖蕩后进行。

7. 硫化氢組重金属(Pb)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

含 Pb^{++} 溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

秤取样品5g，准确至0.01g并溶于45ml 水中。将此溶液过滤并于滤液中加0.5ml醋酸及10ml新配制的硫化氢水溶液。

如試液所呈现的顏色經10分钟不深于标准溶液之顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液为于同容积内含同量的醋酸，新配制的硫化氢水溶液，并含有Pb量：

“分析純”样品……………0.025mgPb

“純”样品……………0.05mgPb

8. 砷(As)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

二氯化錫，ГОСТ 36—40，10%的溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

不含砷的金属鋅，ГОСТ 989—41。

以醋酸鉛溶液浸湿的試紙，按照ГОСТ 4517—48 制备。

溴化汞試紙，按照ГОСТ 4517—48制备。

含As溶液，按照ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

秤取样品5g。秤准至0.01g，置于測砷仪器A器中（见图）并以加有10ml 硫酸酸化的水70ml溶解之。将醋酸鉛浸湿的試紙，折成小条，直放于玻璃管B內。将溴化汞試紙条置于玻璃管B中。然后加2滴二氯化錫溶液及10g金属鋅至器A中。

迅速将仪器盖紧并将其放置于暗处。

如溴化汞試紙因受試液作用之反应所呈现的顏色經1—1.5小时不深于标准溶液所呈之顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液为于同体积中含有同量硫酸，二氯化錫溶液，金属鋅及：

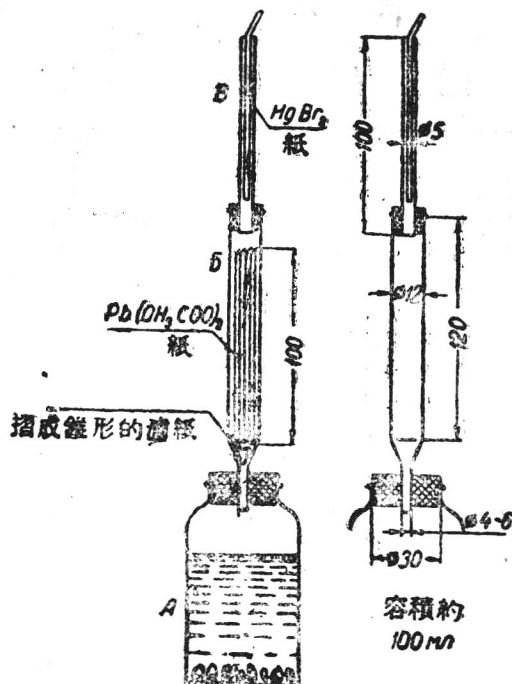
“分析純”样品……………0.0025mg As

“純”样品……………0.005mg As

9. 砷及砷土金属(成硫酸盐)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

氨，不含碳酸(CO_2)，按ГОСТ 4517—48 配制，10%的溶液。



硫化氨，不含碳酸(CO_2)，按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

甲基紅，OCT НКТП 2857，0.1% 的酒精溶液。

二) 測定手續

称取样品2g，称准至0.01g并在250—300ml錐形瓶內（标有200ml容积的刻度）将其溶于100ml水內，加两滴甲基紅溶液，加热至66°C并以氨溶液沉淀鋁，在加氨溶液时，起初分数次加入，随后滴加至甲基紅顏色轉变。冷却后加0.5ml硫化氨溶液，搅合并以水稀释至刻度。沉淀沉积后滤出100ml溶液。将滤液蒸发至干，在烘箱中将残渣烘干，灼烧至鉍盐除尽，以2—3ml水處理三次，每次均蒸发至干，然后在热时以水抽取可溶物质，并将滤液滤至称过的蒸发皿中，将滤液蒸发至干并小心灼烧残渣至恒重。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………1mg

“純”样品……………2mg

IV. 包装及标志

10. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式同1或5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4329—49
	試 剂	代替 OCT HKTP 17389—39
	鋁 鉀 矾	Л 5 1 組

鋁鉀矾为无色透明結晶或白色細結晶粉末。

分子式： $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——474.40。

工. 技术条件

1. 样品干燥的减重不得大于46%。
2. 无水样品中 Al_2O_3 之含量应在19.5—20.2%之間。
3. 容許杂质的最大量, 以%計:

杂质名称	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.004
(3) 铵盐(NH_4)	0.005	0.01
(4) 铁(Fe)	0.001	0.002
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.001	0.002
(6) 砷(As)	0.00005	0.0001
(7) 游离硫酸(H_2SO_4)	0.2	0.2

II. 取 样

4. 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得少于0.3kg。

III. 測定方法

5. 干燥减重之測定

称取磨成粉末状的样品約2g称准至0.0002g, 放入已称重之坩埚中, 干燥至恒重: 开始于60°C干燥半小时, 然后升至100°C并于320°C終止。

干燥减重的百分数(X)按下式計算:

$$X = \frac{G - G_1}{G} \cdot 100,$$

式中:

G = 样品的重量, 以g計;

G_1 = 干燥残渣的重量, 以g計。

注: 1. 矾中 H_2O 之理論含量——45.57%。

2. 保存干燥残渣以供氧化鋁含量測定之用。

6. 氧化鋁(Al_2O_3)含量之測定

化学工业部提出

全苏标准委员会批准

实施日期

1948年7月17日

1949年6月1日

試 劑。 鋁 鉀 硃

ГОСТ 4329—49

一) 需用試劑及溶液:

不含碳酸(CO_2)的氨水, 按ГОСТ 4517—48, 配制, 10%的溶液。

硝酸鉍, ГОСТ 3761—47, 2%的溶液。

甲基紅, ОСТ НКП 2856, 0.2%的酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取干燥殘渣(第五條)約0.5g稱准至0.0002g溶解于30ml水中。往其中加1—2滴甲基紅溶液, 加熱至 66°C , 滴加氨液至甲基紅變色。攪拌帶有沉淀之溶液, 將混合液加熱到沸騰并過濾之。濾渣用熱的硝酸鉍溶液洗滌, 而此硝酸鉍溶液必須預先用氨中和之(以甲基紅為指示劑)。

小心地燃燒所得之濾渣和濾紙, 然后灼燒濾渣至恒重。

Al_2O_3 含量的百分數(X_1)按下式計算:

$$X_1 = \frac{G_1}{G} \cdot 100,$$

式中:

G_1 ——灼燒殘渣的重量, 以g計;

G ——干燥樣品的重量, 以g計。

7. 水不溶物含量之測定

稱取20g樣品準確至0.01g溶解于100ml蒸餾水中。用玻璃或瓷過濾坩堝過濾溶液。用100ml熱的蒸餾水洗滌濾紙上之殘渣并于 $105-110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重。

如干燥殘渣的重量不超過下列數值時, 則認為樣品符合標準:

“分析純”樣品……………1mg

“純”樣品……………2mg

8. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N的溶液。

含Cl⁻溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取2g樣品稱准至0.01g溶解于20ml熱水中。過濾溶液, 將濾液體積加水稀釋至50ml, 加2ml硝酸和1ml硝酸銀溶液。

若試液所呈現之乳色經十分鐘後不深于標準溶液所呈現的顏色, 則認為樣品符合標準, 標準溶液為同體積中含有同量硝酸和硝酸銀及下列Cl量:

“分析純”樣品……………0.02mgCl

“純”樣品……………0.08mgCl

注: 將硝酸銀溶液須同時加入試液和標準溶液中。

9. 鉍鹽(HN_3)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

不含 NH_4^+ 的氫氧化鈉，按ГОСТ 4517—48配 制，10%的溶液。

納氏試劑(реактив Несслера)，ГОСТ 4217—48。

含 NH_4^+ 溶液，按ГОСТ 4212—48配 制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取1g 樣品稱准至0.01g溶于10ml 水中。往其中加入氫氧化鈉溶液至生成之沉淀(約5ml)全部溶解，然後，用水稀釋至50ml 并加1ml 納氏試劑。

如試液所呈現之顏色不深于標準溶液之顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同容積中含有同量之氫氧化鈉和納氏試劑及下列 NH_4 量：

“分析純”樣品……………0.05 mg NH_4

“純”樣品……………0.1 mg NH_4

10. 鐵(Fe)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

硫酸，ГОСТ 4204—48，4N 的溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4N 的溶液。

異戊醇，OCT HKTP 7670/662。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取1g 本樣品，稱准至0.01g溶于30ml 水中加0.5ml 硝酸，并加熱至沸騰。冷卻後將溶液移至50ml 量筒中(帶有磨口塞)加0.25ml 硫酸溶液，4ml 硫氰化鉍溶液，10ml 異戊醇，然後加水至50ml 并振蕩之。

如試液層所呈現之顏色不深于標準溶液所呈現之顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同容積中含有同量之硝酸硫酸，硫氰化鉍和異戊醇及下列Fe量：

“分析純”樣品……………0.01mgFe

“純”樣品……………0.02mgFe

注：必須振蕩各量筒內容物然後進行比色。

11. 硫化氫組重金屬(Pb)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

醋酸，ГОСТ 61—40，30% 溶液。

硫化氫水溶液，按ГОСТ 4517—48，新配製溶液。

含Pb²⁺溶液，按ГОСТ 4212—48配 制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取5g 樣品稱准至0.01g 溶解于50ml 水中并加2ml 醋酸和10ml 硫化氫水于此溶液中。

如試液所呈現之顏色不深于標準溶液所呈現之顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積中含有同量之醋酸和硫化氫水溶液及下列Pb量：

“分析純”樣品……………0.05mgPb

“純”样品.....0.1mgPb

12. 砷含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

二氯化錫, ГОСТ 36—40, 10%溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.10。

无砷金屬鋅 ГОСТ 989—41。

溴化汞試紙, 按ГОСТ 4517—48制备。

含砷溶液, 按ГОСТ 4212—48制备。

醋酸鉛試紙, 按ГОСТ 4517—48制备。

蒸餾水

二) 測定手續

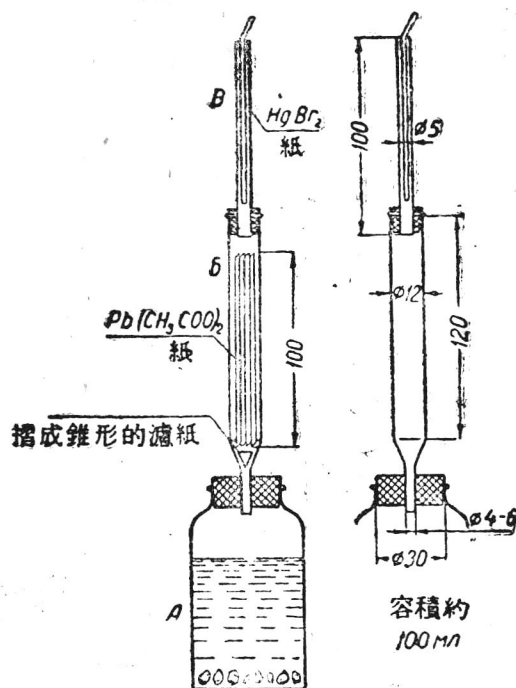
称取5g样品称准至0.01g放入广口瓶A中(参看下图)再加25ml 水二滴二氯化錫, 25ml 硫酸及7g鋅, 迅速地盖上带有玻管之瓶塞; 一管装有溴化汞試紙, 另一管装有醋酸鉛試紙。

如溴化汞試紙因受試液作用之反应而呈现之顏色 2 小时后不深于因受标准溶液作用之反应而呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有同量之硫酸二氯化錫和鋅以及下列As量:

“分析純”样品.....0.0025mgAs

“純”样品.....0.005mgAs

13. 游离硫酸(H₂SO₄) 含量之測定



一) 需用試劑及溶液:

草酸鉀, OCT 2757。

碘——碘酸盐的混合液, 按ГОСТ 4517—48, 配制。

硫代硫酸鈉，ГОСТ 4215—48，0.1N 的溶液。

碘ГОСТ 4159—48，0.1N 溶液。

淀粉，0.5%水溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取1g样品稱准至0.01g，放入500ml 錐形瓶中并以150ml 水溶解之再加入3g草酸鉀，待溶解后注入5ml 碘——碘酸盐的混合液及20ml 硫代硫酸鈉溶液，將瓶加塞，塞上裝有盛有鈉石灰之玻璃管，將錐形瓶放在沸水浴上加熱十分鐘。

溶液冷却后，用碘溶液滴定，在將近終点时加3ml 淀粉溶液。

游离硫酸含量百分数(X)按下式計算

$$X_2 = \frac{(20 - V) \cdot 0.0049}{G} \cdot 100 = \frac{0.49 \cdot (20 - V)}{G},$$

式中：

V——滴定时所用恰为0.1N的碘溶液之体积；以ml計；

G——样品的重量，以 g 計；

0.0049——相当于1ml恰为0.1N的硫代硫酸鈉溶液之硫酸量，以 g 計。

注：檢查需用試劑中硫酸的含量，可如上述做一校對試驗，不加样品，根据所得結果，在計算式中进行校正。

IV. 包裝及標誌

14. 样品之包裝及标志按ГОСТ 3885—47进行之。包裝形式为1或5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4205—48
	試 剂	代替ОСТ НКТП 2904
	鐵 銨 矾	Л 5 1 組

鐵銨矾为淡清蓮色(紫水晶色Цвет аметиста)透明結晶。

分子式: $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——482.21。

工. 技 术 条 件

1. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01	0.015
(2) 氯化物(Cl)	0.0005	0.001	0.005
(3) 鉄(Fe)	0.001	0.002	0.005
(4) 銅(Cu)	0.002	0.005	0.01
(5) 鋅(Zn)	0.003	0.005	0.01
(6) 砷金属盐及砷土金属盐	0.05	0.05	0.2

II. 取 样

2. 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得少于0.4kg。

III. 测 定 方 法

3. 鉄含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸 ГОСТ 3188—46, 比重1.19, 1:1的稀溶液。

二氯化錫, ГОСТ 36—40, 10%溶液。

列茵哥尔得(рейгардт)混合物, 按ГОСТ 4517—48配制。

氯化汞(升汞), 按ГОСТ 4519—48, 饱和溶液。

高錳酸鉀, ГОСТ 4527—48, 0.1N 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取約1.9g样品称准至0.0002g, 放入烧杯中, 以40ml水溶解, 加20ml盐酸, 加热至沸騰并于沸騰溶液中注入二氯化錫溶液直至顏色消失(將近終了时滴加)然后把溶液移入11的錐形瓶中, 其中預先盛有10ml氯化汞溶液, 速将烧瓶用水冷却, 并加煮沸过的水至500ml, 加6—8ml列茵哥尔得(Рейнгардт)混合物, 然后用高錳酸鉀滴定至呈现的粉紅色不消失为止。

鉄含量百分数(X)按下式計算:

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年6月8日	1949年6月1日

$$X = \frac{V \cdot 0.005585}{G} \cdot 100 = \frac{0.5585 V}{G}$$

式中：

V—滴定时所用恰为0.1N高錳酸鉀溶液之体积，以ml計；

G—样品的重量，以g計；

0.005585—相当于1 ml恰为0.1N高錳酸鉀之鐵量，以g計。

4. 水不溶物含量之測定

一) 需用試劑：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

蒸餾水。

二) 測定手續：

称取50g样品称准至0.01g溶于200ml水中，以2 ml盐酸使呈酸性，将溶液用玻璃的或瓷的过滤坩埚过滤滤紙上之沉淀以水洗涤并于105—110°C干燥至恒重。

如干燥残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………2.5mg

“分析純”样品……………5 mg

“純”样品……………7.5mg

5. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N的溶液。

含Cl溶液，按ГОСТ 4212—48，配制。

蒸餾水。

不含氯化物(Cl)的鐵銨矾：配制方法如下：称取8g样品称准至0.01g溶于140ml水(其中含32ml 硝酸)再加4ml硝酸銀溶液，經24小时后，过滤此溶液，必須預以热水洗涤滤紙。

取36ml 所得滤液供制标准溶液之用。

二) 測定手續

称取2g样品称准至0.01g溶于使呈酸性，40ml水中含有8ml硝酸过滤之，滤液中加1ml硝酸銀溶液，

如試液所呈现的乳色，經20分钟，不深于标准溶液所呈现的乳色时，則認為样品符合标准：标准溶液为同体积中含有无氯之鐵銨矾溶液36ml 以及下列Cl量：

“化学純”样品……………0.01mgCl

“分析純”样品……………0.02mgCl

“純”样品……………0.1mgCl

注：1. 硝酸銀溶液必須同时加入被比較的各溶液中；

2. 如有不含氯化物的鐵銨矾存在时，則其标准溶液配制如下：取本样品2g加8ml 硝酸，1ml硝酸銀溶液之适当水及含氯化物溶液。

6. 亞鐵(Fe⁺⁺)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—48, 比重1.12。

高鉄氰化鉀, ГОСТ 4206—48, 5%溶液。

含 Fe^{++} 溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取1g样品称准至0.01g, 溶于使呈酸性, 20ml 水并加有1ml 盐酸然后加一滴新配制之高鉄氰化鉀溶液。

如試液所呈現的顏色, 經10分鐘后, 不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同容积中含有同量盐酸, 高鉄氰化鉀溶液, 1g鉄鉍砷(按本条試驗, 于十分鐘后不显蓝色者)及下列 Fe 量:

“化学純”样品……………0.01mg Fe

“分析純”样品……………0.02mg Fe

“純”样品……………0.05mg Fe

7. 銅(Cu)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

氯化鉍, ГОСТ 3773—47, “化学純”。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

硫化氫水溶液, 按ГОСТ 4517—48配制。

含 Cu^{++} 溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取2g样品称准至0.01g溶解于20ml水。加5g氯化鉍, 加热至沸, 再加15ml氨溶液繼續沸騰2分鐘, 滤出沉淀并以含有1%氨之热水洗滌三次。将滤液及洗液蒸发几乎至全部干燥。以水溶解残渣, 并稀释至25ml, 用1ml盐酸使溶液呈酸性, 并加10ml新配制之硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色, 經10分鐘后, 不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同容积中含有同量氯化鉍, 盐酸和新配制硫化氫水溶液及下列 Cu 量:

“化学純”样品……………0.04mg Cu

“分析純”样品……………0.1 mg Cu

“純”样品……………0.2mg Cu

注: 保存試液以作鋅含量測定之用, (按第八条)

8. 鋅(Zn^{++})含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

醋酸, ГОСТ 61—40, 30%溶液。

硫化氫水溶液, 按ГОСТ 4517—48配制。

氯化鉍，按ГОСТ 3773—47配制“化学純”

含 Zn^{++} 的溶液按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將試液(按第七條)放置24小時後，用折迭的小濾紙條迅速地過濾濾液，蒸發近干，以14—15ml水溶解殘渣。然後用氨溶液中(以石蕊紙試之)，再加水至25ml，用0.5ml醋酸使呈酸性並注入10ml新配制的硫化氫水溶液

如試液所呈現之混濁，經10—20分鐘，不深于標準溶液所呈現之混濁時，則認為樣品符合標準：標準溶液的配制方法如下：

將20ml的溶液，其中含5g氯化鉍及下列Zn量：

“化学純”樣品……………0.06mgZn

“分析純”樣品……………0.1mgZn

“純”樣品……………0.2mgZn

以氨水中和(用石蕊紙試之)，加水至25ml，然後加0.5ml醋酸使呈酸性，並注入10ml新配制的硫化氫水溶液。

9. 砒金屬鹽及砒土金屬鹽含量之測定

一) 需用試劑：

不含碳酸(CO_2)的氨，按ГОСТ 4517—48配制。

不含碳酸(CO_2)的硫化鉍，按ГОСТ 4517—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取10g樣品稱准至0.01g溶于100ml水中。加熱至沸，並注入氨液至沉淀完全為止。

冷卻後，加0.5ml硫化鉍，加水至200ml使沉淀沉下，濾出100ml溶液，並蒸干，然後在烘箱中烘干並灼燒至鉍鹽排除為止。以2—3ml水處理沉淀三次每次處理後，蒸干之。于熱時用水提取溶解物，將溶液濾入已稱重的皿中蒸干，然後小心地將殘渣灼燒至恒重。

如灼熱殘渣的重量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準：

“化学純”樣品……………2.5mg

“分析純”樣品……………2.5mg

“純”樣品……………10mg

IV. 包裝及標誌

10. 樣品之包裝及標誌按ГОСТ 3885—47進行之。包裝形式為1或5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4162—48
	試 剂	代替 OCT HKTII 4959
	鉻 矾	Л 5 1 組

鉻矾为深紫色結晶，溶于水。

分子式： $K_2Cr_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—998.86。

工. 技术条件

1. $K_2Cr_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ 含量不小于98%。
2. 容許杂质的最大含量，以百分計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 不溶解物质	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.005	0.01
(3) 鉄(Fe)	0.01	0.05
(4) 氨沉淀物($Al_2O_3 + Fe_2O_3$)	0.05	0.15
(5) 鈣 Ca	0.005	0.01

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品之总重不得少于0.4kg。

III. 測定方法

4. $K_2Cr_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ 含量之測定

一) 需用试剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

盐酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

氯酸钾，ГОСТ 4235—48，化学純品。

氨水，ГОСТ 3760—47。

碘化钾，ГОСТ 4232—48。

硫代硫酸钠，ГОСТ 4215—48，0.1N的溶液。

0.5%之淀粉溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取約0.7g本样品，称准至0.0002g，在瓷皿中以5ml水溶解之。于此溶液中加入1g氯酸钾及5ml硝酸。将溶液放水浴上蒸发至干，以15ml水溶解残渣，加入数滴氨水直至溶液由橙色变黄色，再重新蒸干。将残渣洗入带磨口塞的750ml锥形瓶中，以50ml水湿润之。于所得溶液

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年5月6日	1949年6月1日

中加入3g不含碘酸盐之碘化鉀及20ml 硫酸。將溶液放置于黑暗处 15 分钟，不时振蕩之，用水稀釋至350ml，并以硫代硫酸鈉溶液滴定，在將近滴定終点时，加入淀粉溶液。

$K_2Cr_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ 含量之百分数(X)按下式計算：

$$X = \frac{V \cdot 0.016647}{G} \cdot 100 = \frac{1.6647 \cdot V}{G}$$

式中：

V — 滴定时所用恰为0.1N硫代硫酸鈉溶液体积，以ml計：

G — 样品的重量，以 g 計：

0.016647 — 相当于1ml恰为0.1N硫代硫酸鈉溶液之 $K_2Cr_2(SO_4)_4 \cdot 24H_2O$ 量。

注：如碘化鉀含有碘酸盐时，其測定結果应加适当之校正。

5. 不溶解物质含量之測定

称取50g样品，称准至0.01g溶解于250ml蒸餾水中，用1ml 硫酸（按ГОСТ 4204—48，比重1.84）使呈酸性在沸水浴上放置一小时并以玻璃过滤坩堝过滤之。

沉淀以热水洗滌并于105—110°C 干燥至恒重。

將滤液及洗液注入500ml容量瓶中，加蒸餾水至刻度并保存以备后来測定之用（按第七条）如干燥残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品为……………2.5mg

“純”样品……………5 mg

6. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸：ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

含 Cl 溶液，按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

不含Cl⁻的鉻矾配制方法如下：

溶解3g样品于135ml 水中，加60ml 硝酸及6ml 硝酸銀溶液經24小时后傾出澄清之液体，取49ml 所得液体作为配制标准溶液之用。

二) 測定手續

称取1g样品，称准至0.01g，溶解于50ml 水中。溶液用以热水洗过之滤器过滤然后加2ml 硝酸及2ml 硝酸銀溶液。

如試液所呈现之乳色經20分钟不深于标准溶液所呈现的颜色时，則認為样品符合标准；标准溶液为同体积中含有2ml 硝酸，2ml 硝酸銀溶液，1g 不含Cl⁻的鉻矾及下列Cl 量：

“分析純”样品……………0.05mgCl

“純”样品……………0.1mgCl

7. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

氯酸鉀，ГОСТ 4235—48，“化学純”。

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重 1.15。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 4N溶液。

磺醴水杨酸按4478—48配制, 10%的溶液。

含 Fe^{+++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將按第五條所得之溶液40ml放于瓷皿中, 加4g 氯酸鉀及15ml硝酸。在水浴上蒸干, 然後以水潤濕殘渣放入100ml容量瓶中, 加水至刻度(溶液1)。于25ml 于所得溶液中加入氨溶液直至溶液由橙色變為黃色, 加水至100ml, 煮沸以驅除過量之氨, 并置水浴上一小時待沉淀聚成團后, 過濾之。濾紙上之殘渣用熱水洗滌, 然後以5ml 硫酸處理, 并以水洗滌濾紙, 將溶液和洗液注入100ml量瓶中, 加水至刻度。

將10ml 所得溶液倒入錐形瓶中, 加10ml水, 2ml 磺醴水杨酸混勻, 并加入5.5ml 氨溶液再混勻。

如試液所呈現之顏色不深于標準溶液時, 則認為樣品符合標準; 標準溶液配制方法如下:
20ml含有0.5ml硫酸及下列 Fe 量:

“分析純”樣品……………0.01mg Fe

“純”樣品……………0.05mg Fe

于此溶液中注入2ml磺醴水杨酸溶液, 混合后加5.5ml 氨溶液, 再混合。

8. 氫氧化鋁沉淀物($Al_2O_3 + 70_2O_3$)含量之測定

將7條所得溶液1取75ml, 仍按7條規定加氨水使其沉淀, 但將氫氧化物沉淀后, 在已稱重之坩堝中灼燒至恒重, 保存濾液及洗液以作鈣測定之用(按7條)。

如灼燒殘渣之重量不超過下列數值時, 則認為樣品符合標準:

“分析純”樣品……………1.5mg

“純”樣品……………4.5mg

9. 鈣(Ca)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

草酸銨, ГОСТ 2758, 5%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

將濾液及洗液(得自第八條)置水浴上使其濃縮至15ml加4ml氨溶液, 1ml 草酸銨溶液并加水至25ml。加熱所得溶液至沸并靜置18—24小時。已沉淀之殘渣用玻璃的過濾坩堝濾出, 洗滌之, 并于105—110°C干燥至恒重。

如干燥殘渣之重量不超過下列數值時, 則認為樣品符合標準:

“分析純”樣品……………0.5mg

“純”樣品……………1.1mg

IV. 包裝及標志

11. 樣品之包裝及標志按ГОСТ 3885—47進行之。包裝形式為1或5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4461—48
	試 剂	代替 OCT HKTH 2689
	硝 酸	Л 5 1 組

硝酸为无色或淡黄色透明的液体按浓度分为“浓”及“稀”两种。

分子式： HNO_3 。

分子量(根据1947年国际原子量)—63.02。

工. 技 术 条 件

1. 透明度——須符合于第6条之試驗。
2. 比重 d_4^{20} 浓酸……………在1.372—1.405之間
稀酸……………在1.337—1.367之間
3. HNO_3 含量以百分数計：
浓酸……………在61—68之間
稀酸……………在54—60之間
4. 容許雜質的最大量，以%計：

雜 質 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 不發揮殘留物	0.0015	0.003	0.005
(2) 硫酸鹽(SO_4)	0.0005	0.002	0.005
(3) 氯化物(Cl)	0.0001	0.0002	0.0005
(4) 硫化氫組的重金屬(Pb)	0.00005	0.0005	0.0005
(5) 鐵(Fe)	0.00005	0.0001	0.0003
(6) 砷(As)	0.000003	0.000003	0.00001
(7) 鈣(Ca)	不 测 定		0.002
(8) 氮的氧化物(NO_2)	0.1	0.1	0.1

II. 取 样

5. 取样按 ГОСТ 388—47 进行之。

所取样品之总重不得少于1.5kg。

III. 测 定 方 法

測定雜質时，所用之酸秤样要根据比重按体积采取之。

6. 透明度的測定。

將10ml酸注入試管中(长=150mm，直径=20mm)中与同一試管中同体积的蒸餾水相比較。

沿試管直径对光观察此两种液体应同样透明且不含有悬浮顆粒。

7. 以分度 0.001g/cm^3 的比重計(ГОСТ 1300—41“通用比重計”)測定比重。

化学工业部提出

全苏标准委员会批准

实 施 日 期

1948年11月9日

1949年6月1日

試 劑。 硝 酸

ГОСТ 4461—48

8. 測定HNO₃的含量可按比重或用滴定的方法進行之。

一、按下表根據比重來測定HNO₃含量：

HNO ₃ 的 百 分 數	比 重	
	15°/4°C 時	20°/4°C 時
54	1.3397	1.3336
55	1.3455	1.3393
56	1.3512	1.3449
57	1.3569	1.3505
58	1.3625	1.3560
59	1.3680	1.3614
60	1.3734	1.3667
61	1.3787	1.3719
62	1.3838	1.3769
63	1.3888	1.3818
64	1.3936	1.3866
65	1.3984	1.3913
66	1.4031	1.3959
67	1.4077	1.4004
68	1.4122	1.4048

二、用滴定方法測定HNO₃含量

一) 需用試劑及溶液：

氫氧化鈉，ГОСТ 4328—48，1N的溶液。

甲基橙，0.1%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取15ml水放於帶磨口塞的小椎形瓶中：將1.5ml所測酸加入其中，蓋上瓶塞，再稱量之。兩次稱重均準確至0.0002g。以甲基橙作指示劑。將瓶中溶液用氫氧化鈉溶液滴定。

HNO₃含量的百分數(X)按下式計算：

$$X = \frac{V \cdot 0.06302}{G} \cdot 100 = \frac{6.302 \cdot V}{G}$$

式中：

V——滴定所用恰為1N的氫氧化鈉溶液體積：以ml計：

G——樣品的重量，以g計：

0.06302——相當於1ml恰為1N的氫氧化鈉溶液的HNO₃量，以g計。

9. 不揮發物質含量的測定

稱取本試劑 100g 放於已知重量的蒸發皿中，加入一滴硫酸（ГОСТ 4204—48，比重 1.84）在水浴上蒸發至干。將蒸發皿中殘渣於櫻紅色熱下灼燒 5 分鐘。

如灼燒殘渣的重量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準：

“化学純”样品……………1.5mg

“分析純”样品……………3 mg

“純”样品……………5 mg

注：如残渣的重量超过4mg时，則保留以供測定鈣含量之用。

10. 硫酸盐(SO₄)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

碳酸鉀，ГОСТ 83—41，“化学純”。

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19，1:20的稀溶液。

氯化鉍，ГОСТ 4108—48，10%之溶液。

含有SO₄²⁻的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

酸样品的取量如下：

“化学純”样品……………40g，

“分析純”样品……………10g，

“純”样品……………4 g，

加入0.02g 碳酸鉀蒸发至干。将残渣溶于水中。过滤溶液，加水使滤液体积稀至 20ml，再加2ml盐酸及1ml氯化鉍溶液。

如果試液中所呈现之乳色經10分鐘后狀不深于标准溶液所呈现之乳色时，則本試剂認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含同量之碳酸鉀，盐酸，氯化鉍，及0.2mg的SO₄的溶液。

11. 氯化物(Cl)含量的測定。

一) 需用試剂及溶液：

硝酸鉍，ГОСТ 1277—41，0.1N 的溶液。

含有Cl⁻的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于10g所測酸中，加入10ml水及1ml硝酸鉍溶液。

如样品試液中所呈现的乳色狀經20分鐘后，不深于标准溶液之乳色时，則認為样品符合标准。該标准溶液为同体积内含有1ml不带氯化物的硝酸(比重1.15)·1ml硝酸鉍溶液及氯量：

“化学純”样品……………0.01mg Cl

“分析純”样品……………0.02mg Cl

“純”样品……………0.05mg Cl

注：硝酸鉍溶液須同时加入試液中与标准溶液中。

12. 硫化氢組重金属(Pb)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%之溶液。

冰醋酸，ГОСТ 61—40，1:1的稀溶液。

試 劑。 硝 酸

ГОСТ 4461—48

新制备的硫化氢水溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

含 Pb^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

酸样品之取量如下：

“化学純”样品……………100g，

“分析純”及“純”样品……10g，

将这些試剂放水浴上蒸发至干。以 5 滴盐酸溶解残渣，并将溶液傾入 50ml 之烧瓶中，同时以 20ml 水洗滌残渣。用氨水中和烧瓶中溶液(以石蕊試紙为指示剂)，然后加入 1ml 醋酸及 5ml 硫化氢水溶液。

如試液中所呈现的顏色經 10 分钟后不深于标准溶液的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含有同量盐酸，氨水，醋酸，硫化氢水溶液，及 0.05mg Pb 的溶液。

13. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，4N 的溶液。

磺醢水杨酸，ГОСТ 4478—48，10% 之溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10% 溶液。

含 Fe^{+++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48，配制。

蒸餾水。

二) 測定手續：

称取 10g 本样品放于蒸发皿中，蒸发至干，以 1ml 硫酸溶液溶解残渣盖以表面皿。将溶液移入錐形瓶中，使蒸发皿充分洗滌，加水至 20ml。于溶液中加入 2ml 磺醢水杨酸溶液，混勻，再加 6ml 氨水重新混勻之。

如試液所呈现的顏色不深于标准溶液所呈现的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液配制如下：

于 20ml 含有 1ml 硫酸溶液中加入下列 Fe 量的溶液：

“化学純”样品……………0.005mg Fe

“分析純”样品……………0.01mg Fe

“純”样品……………0.03mg Fe

于此溶液中加入 2ml 磺醢水杨酸溶液，混勻，然后加 6ml 氨液，再混勻之。

14. 砷(As)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，化学純品，比重 1.84，1:7 的稀溶液。

不含砷的金属鋅，ГОСТ 36—40，10% 之溶液。

二氯化錫，ГОСТ 36—40，10% 之溶液。

溴化汞試紙，按 ГОСТ 4517—48 制备。

醋酸鉛試紙，按 ГОСТ 4517—48 制备。

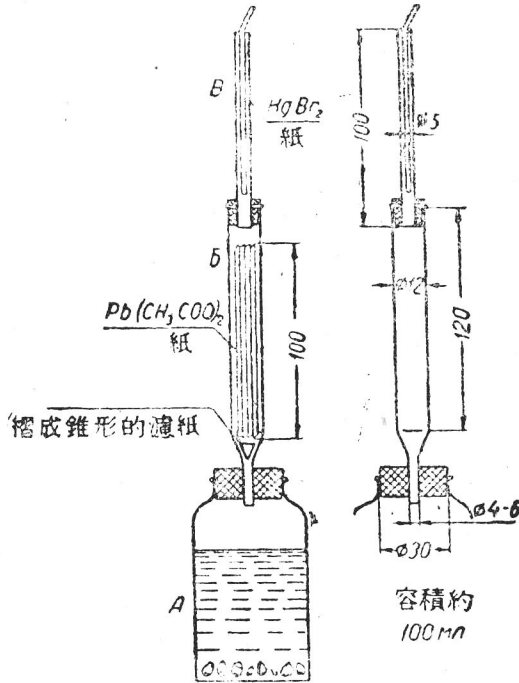
含砷(As)溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二苯基胺，ГОСТ НКТП 8008/930。

二) 測定手續

將样品100g与5ml硫酸(比重1.84)混和，先在水浴上蒸发，然后在砂浴上蒸发至硫酸发烟。如此时硝酸未完全除尽(以二苯基胺試驗之)以水稀释残渣再行蒸发重复操作至硝酸完全除尽为止。



冷却后，以 35ml 水稀释硫酸残渣并移入定砷器之广口瓶中(见图)。于該瓶中加40ml稀硫酸(1:7)，5g 鋅及 2 滴二氯化錫溶液。

如溴化汞試紙因受試液作用之反应所呈现之顏色經 1—1.5 小时后不深于因受标准溶液作用之反应所呈现之顏色时則認為样品符合标准；标准溶液为同体积内含有同量的稀硫酸，鋅，二氯化錫溶液及下列As量：

- “化学純”及“分析純”样品.....0.003mgAs
- “純”样品.....0.01mgAs

15. 鈣(Ca)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19，1:10的稀溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%之溶液。

草酸鉍，OCT 2758 飽和溶液。

含Ca⁺⁺的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

ГОСТ 4461—48

試 劑。 硝

酸

將測定不揮發物質含量時所得之沉淀(第9條),溶于10ml熱鹽酸中,取此溶液1ml用15ml水稀釋加氨溶液至呈鹼性反應,(以石蕊試紙為指示劑),加水至30ml,加入2ml草酸銨溶液。

如試液所呈之混濁經15分鐘後不深於標準溶液所現之混濁時,則認為樣品符合標準,標準溶液為同體積內含有同量的鹽酸,氨溶液,草酸銨,及0.2mg Ca的溶液。

16. 氮的氧化物(NO₂)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

高錳酸鉀,ГОСТ 4527—48, 0.1N之溶液。

碘化鉀,ГОСТ 4232—48。

硫代硫酸鈉,ГОСТ 4215—48 0.1N的溶液。

0.5%的淀粉溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

于錐形瓶中注入10ml高錳酸鉀溶液,15ml水及7g所測酸,將瓶塞蓋好,放置半小時并不時振蕩之。于此液體中加1g碘化鉀并以硫代硫酸鈉溶液滴定之,于滴定將近終點時加淀粉溶液。

氮的氧化物含量百分數(X)按下式計算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0.0023}{G} \cdot 100 = \frac{0.23 \cdot (V_1 - V_2)}{G},$$

式中:

G—樣品重量:以g計;

V₁—所用恰為1N的高錳酸鉀溶液的體積,以ml計,

V₂—滴定所用恰為0.1N的硫代硫酸鈉溶液的體積,以ml計;

0.0023—相對於1ml恰為0.1N的高錳酸鉀溶液之NO₂量,以g計。

IV. 包裝及標志

17. 樣品之包裝及標志按ГОСТ 3885—47進行之。包裝形為11。

苏联人民委员会議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 2062—43
	試 剂 溴 氢 酸 HBr	代替 OCT 3989
	分子量80.92*；log=1.90806	Л 5 1 組

I. 技术条件

1. 外观透明，无色或微淡黄的液体。
2. 化学成分，以百分数計：

指 标 名 称	标 准	
	“分 析 純”	“純”
(1) 溴氢酸(HBr)的含量，不少于	40	40
(2) 不挥发残渣的含量，不大于	0.005	0.02
(3) 硫酸盐(SO ₄ ²⁻)的含量，不大于	0.005	0.03
(4) 氯化物(Cl ⁻)的含量，不大于	0.1	0.5
(5) 碘化物(I ⁻)的含量，不大于	0.02	0.05
(6) 磷酸盐(PO ₄ ³⁻)的含量，不大于	0.001	0.005
(7) 鉄(Fe)的含量，不大于	0.0001	0.0005
(8) H ₂ S組重金属的含量，不大于	0.0005	0.001
(9) 砷(As)的含量，不大于	0.00002	0.00005

II. 驗收規則

3. 將所交来的整批样品中之每一瓶均須經外观检查。
4. 自每批10%的瓶中取样，但在小批时不得少于两瓶，自其中取样。
5. 將样品由选取的每瓶中移入带磨口塞的清洁干燥的玻璃瓶中，样品之数量按选瓶的容积比例分配之，但总重量不得少于0.3kg，并小心混合之。

將所得平均样品分为两等分，放置于两个清洁，干燥的具有磨口塞的瓶中。

將每瓶加封并貼上标签；注明：出品厂名称，試剂名称，品級，“分析純”或“純”，溴氢酸的含量，組号，取样地点，及日期。

將一瓶交工厂实验室分析，另一瓶保存二个月以备仲裁分析之用。作仲裁分析的实验室由双方協議规定之。

III. 試驗方法

6. 溴氢酸含量的測定——于100—150ml的錐形瓶中（具磨口塞）注入15ml水并秤准至0.0002g。然后用移液管很快地加入2ml样品，以塞子塞住瓶口并再秤量。用1N氢氧化鈉溶液滴定此溶液。

溴氢酸(HBr)的百分含量(X)按照下式計算：

$$X = \frac{(a-b) \cdot 0.08092 \cdot 100}{g}$$

* 根据1941年国际原子量。

化学工业人民委员会議提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1943年3月30日	1943年4月15日

試 剂。 溴 氢 酸

ГОСТ 2062—43

式中：

a—滴定样品时所用1N氢氧化钠溶液的量以ml計；

b—由本标准第10条的測定滴定 Cl^- 时所用的1N氢氧化钠溶液量，以ml計；1ml 1N氢氧化钠溶液相当于0.035g Cl^- 。

g—样品重量，以g計；

0.08092—相当于1ml 1N氢氧化钠溶液的溴氢酸量，以g計。

7. 在以下之測定中視溴氢酸的比重用准确至0.1ml的吸量管按体积取样，至于溴氢酸的比重系当溴氢酸含量的測定时(见上述第6条試驗)利用2ml样品酸的重量計算而得。

8. 不挥发残渣含量的測定。

将10g(約7ml)本試剂放于秤过重量的白金或石炭皿中，加1滴硫酸(比重1.84)于水浴上蒸干。将所得残渣于暗紅色火焰下灼烧至恒重。

如灼烧残渣的重量对《分析純》样品不大于0.5mg，而对“純”样品不大于2.0mg时，則認為样品符合标准。

9. 硫酸盐含量的測定—将20g(約14ml)样品放于瓷蒸发皿中，加2ml 1%的碳酸钠溶液，并在水浴上蒸干。

将所得残渣溶解于20ml水中，将此溶液移至100ml的量瓶中并加水至刻度。

取两个錐形瓶，每一个瓶的体积为250—300ml 分別放入上述所得溶液50ml(錐形瓶1相当10g本样品)于1瓶中，后8.4ml(錐形瓶2相当1.86g本样品)于瓶2中，加水使两个瓶中溶液的体积，都到达100ml，于每一瓶中加入1ml盐酸(比重1.12)后5ml 10%的氯化銀溶液。

經10分鐘后，比較試液的混浊与标准溶液的混浊，标准溶液为同体积中含有同量的碳酸钠，盐酸、氯化銀及0.5mg SO_4^{2-} 。

如在瓶1中試驗溶液的混浊不强于标准溶液的混浊时，則認為样品符合“分析純”。

如瓶1中試液的混浊深于标准溶液的混浊时，而瓶2中試液的混浊不深于标准溶液的混浊时則認為样品符合“純”。

注： SO_4^{2-} 标准的配制：將試剂品級的硫酸鉀在100°C烘干，取1.814g溶解于水中，再加水至1l—溶液A。

取50ml溶液A用水稀釋至100ml—溶液B。

1ml溶液B含有0.5mg SO_4^{2-} 。

10. 氯化物含量的測定—将样品5g(約3.5ml)置于100ml的量瓶中，并加水至刻度。于250—300ml的錐形瓶中注入10ml所得溶液，30ml水，20ml 5%的硫酸錳溶液，15ml硫酸(比重1.84稀釋成1:1)及15ml丙酮。然后于激烈搅拌溶液的时，用滴管滴加0.2—0.3ml 5%的高錳酸鉀溶液。高錳酸鉀溶液先加至1分鐘内生成之淡紅色不消失为止，然后不断激烈搅拌瓶中溶液，并于每分鐘内加0.2—0.3ml，至由于分出二氧化錳而呈现的混浊，此后繼續搅拌并加入3ml高錳酸鉀(每經2分鐘加0.5ml)。将所得液体搅拌3—4分鐘，加2ml过氧化氢并再搅拌，至二氧化錳沉淀溶解。將瓶内溶液稀釋至200ml，并放置到配好标准溶液为止。

标准溶液配制方法如下：于两个200ml錐形瓶中，分別放置标准 Cl^- 溶液各相当于0.5mg Cl^- 及2.5mg Cl^- ，并加水使溶液体积到40ml。于每一个瓶中加入20ml 5%的硫酸錳溶液，5%的高錳酸鉀溶液，其量与滴定秤样时所加相同，(见上述)，15ml硫酸(比重1.84稀釋成1:1)及15ml丙酮。兩瓶中的溶液各小心混匀，各加入2ml过氧化氢，并各稀釋至200ml再行混匀。

于标准溶液及試液中同时加入2ml 0.1N硝酸銀溶液，攪拌5分鐘，比較試液与标准溶液的乳色。

如試液的乳色不深于标准溶液的乳色时，則認為样品符合于标准要求，标准溶液含有下列 Cl^- 量：

“分析純”样品……………0.5mg Cl^-

“純”样品……………2.5mg Cl^-

注* 1. 氯化物含量之測定时所用溶液(5%的硫酸錳溶液及5%的高錳酸鉀溶液)，应当經下列之实验：所250ml錐形瓶中，注入20ml 5%的硫酸錳溶液，加20ml 5%的高錳酸鉀溶液，15ml硫酸(比重1.84，稀成1.1)小心攪拌，并滴加过氧化氢，至溶液褪色。加水使溶液的体积至200ml并加1ml 0.1N硝酸銀溶液。經5分鐘后比較試液与标准溶液之乳色，此标准溶液与試液应同时配制。如試液的乳色不深于标准溶液的乳色时，則認為此溶液适合于試驗之用。

标准溶液配制方法如下：于含有0.05ml Cl^- 的185ml水中加15ml硫酸(比重1.84，稀成1.1)及1ml 0.1N硝酸銀溶液。

2. 試驗时所用之丙酮应当經下列实验：于20ml水中加15ml硫酸(比重1.84，稀成1.1)，15ml丙酮及20ml 5%的过錳酸鉀溶液，小心攪拌，并滴加过氧化氢至溶液褪色。加水使溶液的体积至200ml并加入1ml 0.1N硝酸銀溶液。将所得溶液与体积相同，配制方法相同但不含有丙酮的溶液比較。如此两溶液相互没有区别，則認為丙酮适合于試驗之用。

3. 配制标准 Cl^- 溶液取预先稍灼烧过的氯化鉍(OCT HKTH 7396/550)1.649g溶于水中，并加水使所得溶液之体积至1l。

1ml溶液含1mg Cl^- 。

4. 氯化物含量测定应当在很好的通风橱中操作。

11. 碘化物含量的測定——取1g(約0.7ml)样品以5ml水稀释，并用10%的氨液中和至以1滴酚酞作指示到时呈浅粉紅色。将溶液用数滴1N硫酸溶液使褪色，并移至具有磨口塞的試管中，加水使溶液的体积至20ml，加0.2ml 1%的亚硝酸鈉溶液，5ml苯或哥罗仿，并小心振蕩。

經1—2分鐘后将苯哥罗仿层的顏色与标准溶液中苯(三氯甲烷)层的顏色作比較。如試液中苯层(三氯甲烷)顏色不深于标准溶液中苯层(三氯甲烷)顏色，則認為产品符合于标准要求。标准溶液为同体积中含有同量的亚硝酸鈉，硫酸，苯或哥罗仿及 I^- 量：

“分析純”样品……………0.2mg I^-

“純”样品……………0.5mg I^-

注：配制标准 I^- 溶液：溶解1.308g酒精重結晶的碘化鉀(OCT HKTH 7384/538)并加水使溶液体积至1l—溶液A。

将20ml溶液A用水稀释至100ml—溶液B

1ml溶液B含有1.2mg I^- 。

保存溶液A于黄色瓶中不要超过一个月。

溶液B应于使用时新配制。

12. 磷酸盐含量的測定——将2g(約1.4ml)样品以1滴酚酞为指示剂，用10%的氨液中和至呈浅紅色。于是用10N硫酸溶液滴加至浅紅色消失。加水使所得溶液之体积至20ml，加3ml 10N的硫酸溶液，5ml 98%的醋酸(ГОСТ 61—40)及2ml 10%的鉍酸鉍水溶液。

經5分鐘后，将試液与标准溶液作比較，在透过光綫下衬以白地进行观察。如試液的顏

試 劑。 溴 氫 酸

ГОСТ 2062—43

色不深于标准溶液的顏色时，則認為該品符合标准要求；标准溶液为同体积中含有 3ml 10N 硫酸溶液，5ml 98% 的醋酸，2ml 10% 的鉍酸鉍水溶液及下列 PO_4^{3-} 量：

“分析純”样品……………0.02mg PO_4^{3-} ，

“純”样品……………0.1mg PO_4^{3-} ，

注：配制标准 PO_4^{3-} 溶液：溶解磷酸二氫鉀 1.433g (OCT 3695)，并加水使溶液至 11—溶液 A。

20ml 溶液 A 加水使至 11—溶液 B。

1ml 溶液 B 含有 0.02mg PO_4^{3-} 。

13. 鐵含量的測定—取本样品 5g (約 3.5ml) 以 5ml 水稀释之。于所得溶液中加 2ml 的磺醑水杨酸溶液；将所得溶液小心搅拌，加入 15ml 10% 的氨溶液，并再行搅拌。

所呈现的黄色与标准溶液的黄色比較，如試液的顏色不深于标准溶液的顏色时，則認為該品符合标准要求。

标准溶液配制方法：10ml 水，其中含有 Fe 量：

“分析純”样品……………0.005mg Fe

“純”样品……………0.025mg Fe

加入 2ml 10% 的磺醑水杨酸溶液，搅拌此溶液，而加 5ml 10% 的氨溶液，然后加水使該溶液的体积与所测溶液的体积相同，再行搅拌之。

注：Fe 的标准溶液的配制：溶解鉄鉍矾 (OCT 2904) 8.635g 于水中，以 25ml 硫酸 (比重 1.11) 使呈酸性，并加水使溶液的体积至 11—溶液 A。

5ml 溶液 A 用水稀释至 11—溶液 B。

1ml 溶液 B 含有 0.005mg Fe。

溶液 B 应当是新配制的。

14. H_2S 組重金属含量之測定—以酚酞为指示剂，用 10% 的氨溶液中和 10g (約 7ml) 样品至呈淡紅色为止。

于溶液中滴入 98% 的醋酸 (ГОСТ 61—40) 使其褪色，然后再加入 0.5ml 之醋酸，加水使溶液体积至 40ml，加 10ml 新配制的 H_2S 溶液。

試液之顏色如經 10 分钟后，不深于标准顏色之顏色时，則認為样品符合标准要求。标准溶液为同体积中含有 0.5ml 98% 的醋酸，10ml 硫化氫水溶液并含有 Pb 量：

“分析純”样品……………0.05mg Pb

“純”……………0.1mg Pb

注：配制 Pb 标准溶液：将 1.831g 結晶过之醋酸鉛 (ГОСТ 1027—41) 溶解于經 1ml 98% 的醋酸酸化之水中，并加水至 11—溶液 A。

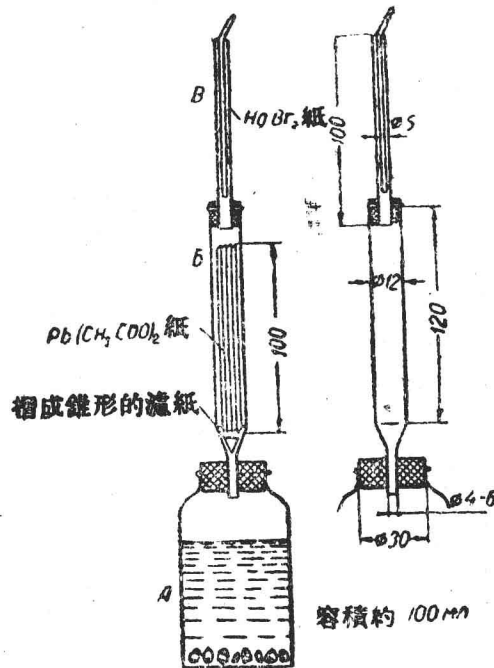
将溶液 A 2ml 以水稀释至 100ml—溶液 B。

1ml 溶液 B 含有 0.02mg Pb。

溶液 B 应为新配制的。

15. 砷含量之測定—以 1 滴酚酞为指示剂，用 25% 的氨溶液中和 10g (約 7ml) 試液，加水使溶液体积至 30ml，加入 50ml 硫酸 (比重 1.84，稀释比，1:1)，經冷却后，移入 3-зайгер-блек 装置之 A 瓶中 (见图)，在此瓶中已預先置有 5g 不含砷之金属鋅 (ГОСТ 989—41)。

如溴化汞試紙之顏色經 1.5—2 小时后不深于标准在同条件下所显示者，則認為样品符合标准要求。标准溶液为同体积中含同量硫酸，无砷金属鋅，并含有砷量：



“分析純”样品……………0.002mgAs

“純”样品……………0.005mgAs

注：1. 配制AS标准溶液：以10ml10%之氢氧化鈉溶液，溶解1.320g所謂“玻璃狀無定形”或“純制之第一種” (OCT HKTII 8245/1201)之氧化砷或同量升華過之 As_2O_3 ，加水使溶液體積至11—溶液A。

將溶液A2ml以水稀釋為11—溶液B。

1ml之溶液B含有0.002mgAS。

溶液B 應為新配制的。

2. 配制溴化汞試紙將1.25g溴化汞溶解於25ml乙醇中，將無灰濾紙浸入其中1小時，將浸好之紙鋪在玻璃口，於空氣中乾燥之。

IV. 包裝及標志

16. 样品裝於橙色帶有良好磨口塞之玻璃瓶中。塞上復以彈性膠膜或石蠟與羊皮紙。

每瓶上貼以標簽並註明：出品廠名稱，品名及其品級，HBr含量之百分數，製造時間，样品重量，批號，分析項目，檢查者簽証，及“ГОСТ 2062—43”。

每瓶之淨重應為0.1kg至2kg。

代 替：

ГОСТ 4233—48 代替 OCT HKTII 7396/550。

ГОСТ 4232—48 代替 OCT HKTII 7384/538。

ГОСТ 4198—48 代替 OCT 3695。

ГОСТ 4205—48 代替 OCT 2904。

ГОСТ 1973—48 代替 OCT HKTII 8245/1201。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4200—48
	試 剂	代替 OCT 10093—39
	碘 氢 酸	Ж 5 1 組

碘氢酸为无色液体，在光及空气之作用下，很快变为深暗色。

分子式：HI。

分子量(根据1947年国际原子量)127.93。

Ⅰ. 技术条件

1. HI含量不得少于45%。
2. 比重 r_{4}^{20} 在1.50—1.55之范围内。
3. 容許杂质的最大含量，以%計：

质 杂 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 不揮发性物质	0.015	0.03
(2) 灼燒后殘渣	0.003	0.01
(3) 碘(I ₂)	0.2	0.3
(4) 氯化物及溴化物(換算为Cl)	0.005	0.005
(5) 硫酸盐(SO ₄)	0.0005	0.005
(6) 磷酸盐(PO ₄)	0.0025	0.005
(7) 鉄(Fe)	0.0001	0.0003
(8) 硫化氢組之重金屬(Pb)	0.0002	0.0002

Ⅱ. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。
所取样品之总重不得少于0.4kg。

Ⅲ. 测 定 方 法

5. 碘氢酸(HI)及碘(I₂)含量的測定：

一) 需用试剂及溶液：

硫代硫酸鈉，ГОСТ 4215—48, 0.1N的溶液。

苛性鈉，ГОСТ 4328—48, 1N的溶液。

甲基紅，OCT HKTH 285, 0.2%的溶液。

淀粉，0.5%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續。

于預先秤好(秤准至0.0002g)之裝有15ml水之錐形瓶(帶有磨口塞)中，加入8ml样品，再秤之。加入40ml水，如溶液显黃色，則以硫代硫酸鈉溶液滴定之，并于滴完時加入

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实施日期
	1948年6月8日	1949年6月1日

淀粉溶液。

I_2 含量之百分數(X)按下式計算：

$$X = \frac{V \cdot 0.0127 \cdot 100}{G} = \frac{1.27 \cdot V}{G},$$

經硫代硫酸鈉滴完後之無色溶液，再以氫氧化鈉溶液滴定用甲基紅為指示劑。

HI含量之百分數(X_1)按下式計算：

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0.12793 \cdot 100}{G} = \frac{12.793 \cdot V_1}{G},$$

式中：

V—滴定時所消耗恰為0.1N的硫代硫酸鈉溶液之體積，以ml計；

V_1 —滴定時所消耗恰為1N的氫氧化鈉溶液之體積以ml計；

G—樣品之重量，以g計；

0.0127—相當於1ml恰為0.1N的硫代硫酸鈉溶液的 I_2 的數量，以g計；

0.12793—相當於1ml恰為0.1N的苛性鈉溶液的HI數量，以g計。

6. 比重 r 之測定：

以刻度為0.001g/cm³之比重計(ГОСТ 1300—41“通用之比重計”)測定碘氫酸之比重，被測酸之溫度為20°C。

7. 不揮發性物質含量之測定

稱30g試劑，準確至0.01g，置於秤好重量之蒸發皿中，在水浴上蒸干，將殘渣置於烘箱內，在100—105°烘至恒重。

如烘干殘渣之重量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品……………4.5mg

“純”樣品……………9mg

保留所得之干殘渣為第八條中灼燒後殘渣之用。

8. 灼燒殘渣的含量之測定

將按第七項所得之干殘渣以1滴硫酸(ГОСТ 4204—48 比重1.84)浸潤之，於蒸發皿中在小火焰上加熱至硫酸煙排出為止，並灼燒至恒重。

如灼燒殘渣之重量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品……………0.9mg

“純”樣品……………3mg

9. 氯化物及溴化物(換算為Cl)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，10%的溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

硝酸，ГОСТ 4461—48 比重1.15。

含有Cl⁻之溶液，按ГОСТ 4212—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取10g(約6.7ml)試剂(准确度至0.01g)置于100ml之量瓶中,加水使溶液体积稀至100ml(溶液1)。将10ml所得之溶液置于250ml烧杯內,加入10ml硝酸銀,混和之,再加入30ml氨溶液,再混和之,經滤紙过滤。

将滤液收集于250ml錐形瓶內,以硝酸酸化(对以石蕊試紙为指示剂),至呈酸性反应后,再加入3ml之酸。

同时以下法制备标准溶液:

将10ml之溶液1置于250ml之烧杯內,加入20ml硝酸銀溶液,混和之,再加入30ml氨溶液,再混和之,用滤紙将残渣滤出,并以20ml1%之氨溶液洗滌两次,将带有残渣之滤紙移入250ml之烧杯中,加入7ml硝酸銀溶液,1ml含有0.05mgCl⁻之溶液,及22ml之水,然后往烧杯之内容物中加入30ml氨溶液,小心地用玻棒搅拌,同时将滤紙撕成小块。

将此溶液經滤紙过滤,将滤液收集于250ml之錐形瓶中。

于所得到的滤液中,加入硝酸,至呈酸性反应(对以石蕊試紙为指示剂)然后再加入3ml同样的硝酸。

如試液所呈现之乳色,經20分钟后,不深于标准溶液之乳色时,則認为样品符合标准。

10. 硫酸盐(SO₄)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

氯化銀,ГОСТ 4108—48, 10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取(称准至0.01g)15g之样品(約为10ml),加水于其中,使其体积稀至100ml。将所得溶液加热至沸,加入5ml氯化銀溶液,靜置12—16小时。将分出之沉淀在瓷过滤坩堝中过滤,加水洗滌,并灼烧至恒重。

如灼烧残渣的重量不超过下列标准,則認为样品符合标准:

“分析純”样品……………0.2mg

“純”样品……………2mg

11. 磷酸盐(PO₄)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

結晶的碳酸鈉,ГОСТ 84—41, 1%的溶液。

醋酸鈉,ГОСТ 199—41, 1N的溶液。

含有PO₄³⁻之溶液,按ГОСТ 4212—48配制。

阿刺伯胶之溶液,其制备:于微加热及搅拌下将1g阿刺伯胶溶于100ml水中。

鉬酸鉍溶液,按照ГОСТ 4517—48 配制,溶液B。

联苯胺溶液,依下法配制;将分析純的盐酸联苯胺溶于水中,加水至1l。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取(准确度至0.01g)3g样品(約为2ml),置入磁皿中。加1ml之碳酸鈉溶液于此溶液中,在水浴上蒸干。将此残渣加热至紫烟停止发生,且残渣变白为止,以5ml水处理两次,每次均在水浴上蒸干,然后加热溶解于10—20ml水中。将所得溶液滤到100ml量瓶中,加水

使溶液体积稀至100ml (溶液1)。置2ml 所得之溶液1于比色管中, 加入0.5ml 阿刺伯胶溶液, 0.5ml 鉬酸鉍溶液, 混和之, 加入1ml 联苯胺溶液及1ml 醋酸鈉溶液重新混和之。

如試液所呈现之顏色不深于标准溶液所呈现之顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为含有同量阿刺伯胶, 鉬酸鉍, 联苯胺, 醋酸鈉等及下列 PO_4 量:

“分析純”样品……………0.0015mg PO_4 ,

“純”样品……………0.003mg PO_4 ,

注: 在白紙地上順管长的方向观察, 比較溶液顏色。

12. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

磺醢水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10%的溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 1%的溶液。

硫代硫酸鈉, ГОСТ 4215—48, 0.1N的溶液。

含有 Fe^{+++} 之溶液、按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取5g本試剂(約3.3ml)准确度至0.01g, 置于100ml之量筒中(帶有磨口塞), 加入25ml 水, 如溶液呈黃色, 則加入几滴硫代硫酸鈉溶液使其褪色。于无色之溶液中加入5ml 磺醢水杨酸溶液混和之, 加入10ml 氨溶液, 再加入水使溶液体积至50ml, 并再混和之。

如試液之顏色不深于依下法配制溶液之顏色时, 則認為样品符合标准:

于40ml 水中含有:

“分析純”样品……………0.005mgFe

“純”样品……………0.015mgFe

加入5mg 磺醢水杨酸溶液, 混和之, 加入5ml 氨溶液, 再混和之。

13. 硫化氢組重金属(Pb)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46 比重, 1.12,

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%的溶液。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液, 按 ГОСТ 4517—48 配制。

含有 Pb^{2-} 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取15g样品(約10ml)称准至0.01g, 置磁皿中在水浴上蒸干, 后将磁皿及内容物用小火加热直至赶走碘烟为止。往残渣中加入2ml 盐酸, 25ml 水, 加热至沸。将所得溶液倒于100ml 之錐形瓶中, 以5—8ml 水洗滌磁皿, 加氨溶液至呈中性反应(以石蕊紙为指示剂, 加0.5ml 醋酸, 加水稀释至40ml, 再加入10ml 硫化氢水溶液。

如試液所呈之顏色經五分鐘不深于标准溶液之顏色时, 則样品認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有2ml 盐酸(用氨溶液中和至石蕊呈中性)并含0.5ml 醋酸溶液, 10ml 硫化

試 剂。 碘 氢 酸

ГОСТ 4200—48

氢溶液，其含鉛量：

“分析純”样品……………0.03mgPb

“純”样品……………0.03mgPb

IV. 包 装 及 标 志

14. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为12。酸装瓶时装至将近瓶塞处。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4213—48
	試 剂	代替 OCT 5181
	碘 酸	JI 5 1 組

碘酸为无色斜方晶系結晶，或細結晶形的粉末，易溶于水。

分子式： HIO_3

分子量：（根据1947年国际原子量）175.93

Ⅰ. 技术条件

1. 干燥的本样品 HIO_3 之含量，以%計，不小于：

“化学純”样品……………99.9

“分析純”样品……………99.9

“純”样品……………99.5

2. 容許雜質的最大含量，以%計：

雜 質 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水 不 溶 物	0.004	0.006	0.015
(2) 不 揮 发 物	0.01	0.03	0.06
(3) 硫 酸 (SO_4)	0.01	0.03	0.05

Ⅱ. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重应不少于0.2kg。

Ⅲ. 测 定 方 法

4. HIO_3 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

碘化鉀，ГОСТ 4232—48。

硫酸，ГОСТ 4204—48，10%之溶液。

硫代硫酸鈉，ГОСТ 4215—48，0.1N之溶液。

淀粉，0.5%之溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

秤取約1g之用硫酸干燥过之样品，秤准至0.0002g，溶于水中，加水稀释至100mg。置10ml 所得溶液于带有磨口塞之烧瓶中，加入40mg水，2g 不含有碘酸盐之碘化鉀及5ml 硫酸溶液，加塞。5分鐘后，以硫代硫酸鈉溶液滴定之，且于滴定将近終点时加入淀粉溶

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年7月8日	1949年6月1日

試 剂。 碘 酸

ГОСТ 4213—48

液, HIO_3 之含量百分数(X)按下式計算之:

$$X = \frac{V \cdot 0.002932 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot G} = \frac{2.932 \cdot V}{G},$$

式中:

V—滴定时所消耗恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液之体积, 以 ml 計;

G—样品的重量, 以 g 計;

0.002932—相当于1 ml 恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液的 HIO_3 数量, 以 g 計。

注: 如无碘酸盐游离出的碘化钾存在时, 可用含有少量碘酸盐的试剂, 并于計算中插入相当之校正。

5. 水不溶物之測定

称取本试剂 25g, 称准至 0.01g, 溶于 50ml 之蒸馏水中, 继续在水浴上加热一小时, 經玻璃或磁过滤坩埚过滤, 以热水洗涤滤器上之残渣, 并在温度 105—110°C 烘干至恒重。

如残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1mg

“分析純”样品……………1.5mg

“純”样品……………3.75mg

6. 不挥发物含量之測定

称取 5g 样品, 称准至 0.01g, 放在瓷坩埚内 并小心在不接触坩埚底之小火焰上加热使蒸汽完全挥发, 然后将带有残渣之坩埚在灯的全焰上灼烧 10 分钟, 并称量之。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………0.5mg

“分析純”样品……………1.5mg

“純”样品……………3 mg

7. 硫酸盐含量之測定(SO_4)

一) 需用试剂及溶液:

碳酸鈉, ГОСТ 83—41, 2% 之溶液。

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10% 之溶液。

蒸馏水。

含有 SO_4^{2-} 之溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

于瓷坩埚中称取 1g 样品, 称准至 0.01g, 加入 1ml 水, 在水浴上加热至样品完全溶解。冷却, 小心加入 1ml 碳酸鈉溶液并在水浴上蒸发至干。将坩埚在石棉网上加热, 逐渐加大火焰, 取去石棉网, 短時間直接火上加热, 至碘蒸汽完全挥发, 并残渣溶为小滴状为止, 在坩埚中冷却后, 注入 2ml 盐酸, 蒸发至干, 再于残渣中加入 2ml 盐酸及 3ml 水, 在水浴上加热五分钟, 所得溶液經小滤紙过滤, 后洗涤滤紙, 加水稀释滤液至 30ml, 并加入 2ml 氯化銀溶液。

如試液所呈现之乳色經 30 分钟不超过标准溶液所呈现之乳色时, 認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有同量盐酸, 碳酸鈉, 氯化銀, 及下列 SO_4 量:

- “化学純”样品.....0.1mg SO₄
- “分析純”样品.....0.3mg SO₄
- “純”样品.....0.5mg SO₄

IV. 包 装 及 标 志

样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为 3 或 7。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国定全标标准	ГОСТ 4214—48
	試劑	代替 OCT 10159—39
	矽酸水化物 (含水矽酸)	Л 5 1 組

矽酸为白色粉末，不溶于硝酸，盐酸，及硫酸，易溶于氟氢酸中及氢氧化鈉溶液中。
分子式： $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 。

工. 技术条件

1. 灼烧时的减重在20—28%之限度內。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂质名称	“分析純”	“純”
(1) 矽酸挥发后之残渣	0.1	0.3
(2) 水浸出氯化物含量	0.005	0.01
(3) 有机物质含量	应依第6条試驗	

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。
所取样品的总重不得少于0.2kg。

III. 測定方法

4. 灼烧时的减重之測定

称取約1g之样品，称准至0.0002g，放于預先称过之鉑金坩堝中，105—110°C，在干燥30分钟，后在灯上灼烧30分钟，于其最后之15分钟在噴灯上灼烧之。

如灼烧时的减重在20—28%之限度內，則認為样品符合标准：

5. 矽酸挥发后残渣含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

40%的氟氢酸。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取1g样品称准至0.01g，置于鉑金坩堝中，以2ml水湿润之，加入5滴硫酸，及5ml氟氢酸。将坩堝置于空气浴中漸漸加热，至液体及硫酸之蒸汽完全挥发后，再灼烧5分钟，冷却，并称之。

在同样条件下平行測定氟氢酸不挥发之残渣：在鉑金坩堝中蒸发2ml水，5滴同样之硫酸及5ml氟氢酸，将此氟氢酸不挥发之残渣的重量由矽酸不挥发残渣之重量中减去。

如矽酸挥发后之残渣重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实施日期
	1948年7月8日	1949年6月1日

“分析純”样品……………1mg

“純”样品……………3mg

6. 水浸出氯化物含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重 1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N之溶液。

含有Cl⁻之溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

秤取2g样品秤准至0.01g, 与25ml水加热至沸, 經以热水洗滌过三次的无灰滤紙过滤, 不洗残渣, 于滤液中加入1ml硝酸及1ml硝酸銀溶液。

溶液所呈现之乳色經十分鐘不深于标准溶液所呈现之乳色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积内含有同量硝酸, 硝酸銀及下列Cl量:

“分析純”样品……………0.1mgCl

“純”样品……………0.2mgCl

7. 有机物质含量之測定

秤取样品2g秤准至0.01g, 注入30ml, 比重1.84之“化学純”的硫酸。

如經15分鐘硫酸仍为无色, 則認為样品符合标准:

IV. 包装及标志

8. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为 1 或 6。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4204—48
	試 剂	代替 OCT HKTP 3573
	硫 酸	Л 5 1 組

硫酸为无色油状透明液体。

分子式： H_2SO_4 。

分子量（根据1947年国际原子量）——98.08。

工. 技术条件

1. 外观——須符合于第六条的試驗。
2. 硫酸含量須在93.56—95.60%之間。
3. 比重 d_4^{20} 在1.8300—1.8350之間。
4. 容許杂质的最大含量，以%数計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 不揮发性残余物	0.001	0.002	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.0001	0.0002	0.0005
(3) 硝酸盐(NO_3)	0.0001	0.0002	0.0005
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.0005
(5) 鉄(Fe)	0.00005	0.0001	0.0003
(6) 砷(As)	0.000003	0.000003	0.00001
(7) 硒(Se)	0.0002	0.0005	0.001
(8) 铵盐(NH_4)	0.0001	0.0003	0.001
(9) 还原物质($KMnO_4$)			

应符合于第 17 条的試驗

注：供酒精試驗用之“化学純”与“分析純”之硫酸应符合第18条之 *Сараилл* 氏試驗。

II. 取 样

5. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。
- 所取試样之总重不得少于1kg。

III. 测 定 方 法

6. 外观之測定

将酸搖勻后，取其10ml 注入20ml之无色玻璃試管中，并与同容量同顏色試管内同体积的蒸餾水比較。

沿試管直径对光观察两种液体，如透明无色相同并不含悬浮物质，認為样品符合于准标。

7. 硫酸 (H_2SO_4) 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

氢氧化鈉，ГОСТ 4328—48，1N的溶液。

化学工业部提出

全苏标准委员会批准

1948年6月8日

实施日期

1949年6月1日

甲基橙，0.1%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取2g样品，准确至0.0002g，置于100ml带磨口塞量瓶內，加50ml水；小心混勻溶液，并用氢氧化鈉溶液滴定，以甲基橙作指示剂。

H₂SO₄含量的百分数(X)按下式計算：

$$X = \frac{V \cdot 0.049038 \cdot 100}{G} = \frac{4.9038 \cdot V}{G},$$

式中：

V——滴定时所用恰为1N的氢氧化鈉溶液之容积，以ml計；

G——样品的重量，以mg計；

0.049038——相当于1ml恰为1N的氢氧化鈉溶液之硫酸数量，以g計。

8. 以刻度至0.001g/Cm³的比重計測定比重(ГОСТ 1300—41“通用比重計”)。試驗酸的溫度为20°C。

9. 不揮发物含量的測定。

稱取100g(約55ml)样品，稱准至0.01g，置于白金皿內在沙浴上蒸发。在櫻紅色灼烧热下灼烧残渣五分鐘冷却，并稱其重。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时，則即認為样品符合标准：

“化学純”样品……………1mg

“分析純”样品……………2mg

“純”样品……………10mg

10. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，1:10的稀釋溶液。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N的溶液。

含Cl⁻溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取20g(約11ml)样品，稱准至0.01g。加水稀釋至100ml使其冷却。加入2ml硝酸及2ml硝酸銀溶液。

如試液所呈現的乳色經20分鐘不深于标准溶液所呈現的乳色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积中含2ml硝酸2ml硝酸銀及下列Cl量：

“化学純”样品……………0.02mg Cl

“分析純”样品……………0.04mg Cl

“純”样品……………0.1mg Cl

11. 硝酸盐(NO₃)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸低鉄，ГОСТ 4148—48飽和溶液

試 劑。 硫 酸

ГОСТ 4204—48

含 NO_3^- 溶液，按 ГОСТ 4212—48，配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取樣品 184g (100ml) 稱准至 0.01g 置于錐形瓶內并加入 0.5ml 硫酸低鐵溶液。

如試液所呈現的顏色不深于標準溶液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準；標準溶液為含有同量之“化學純”硫酸；0.5ml 硫酸低鐵溶液，及下列 NO_3^- 量：

“化學純”樣品……………0.18mg NO_3^-

“分析純”樣品……………0.36mg NO_3^-

“純”樣品……………0.9 mg NO_3^-

12. 硫化氫組重金屬(Pb)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

冰醋酸，ГОСТ 61—40，1:1的稀溶液。

硫化氫水溶液，按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 的溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

稱取 10g (5.5ml) 樣品，稱准至 0.01g，加入 15ml 水，以氨水中和至呈弱鹼性反應（以石蕊試紙為指示劑），再以 1ml 醋酸使其酸化，加水到 50ml 并加入 5ml 硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色經 10 分鐘不深于標準溶液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。標準溶液為在同體積中含 1ml 醋酸，5ml 硫化氫水及下列 Pb 量：

“化學純”樣品……………0.02mg Pb

“分析純”樣品……………0.05mg pb

“純”樣品……………0.05mg pb

13. 鐵(Fe)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

磺醢水楊酸，ГОСТ 4478—48，10%的溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

稱取 10g (5.5ml) 樣品，稱准至 0.01g 置于白金皿內在沙浴上蒸發至硫酸煙不再放出時為止。于殘渣內加入 1ml 4N 的硫酸溶液，加熱并將其移入錐形瓶內同時用水小心洗除白金皿，然后加水到 20ml。加入 2ml 磺醢水楊酸溶液，混勻，加 6ml 氨水，再混勻之。

如試液所呈現的顏色不深于標準溶液，所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。

標準溶液按下列方法配制：于含有 1ml 4N 硫酸溶液的 20ml 水中加入下列 Fe 量：

“化學純”樣品……………0.005mg Fe

“分析純”樣品……………0.01 mg Fe

“純”样品-----0.03 mg Fe

再加入2ml磺鹼水杨酸溶液混勻并加入6ml氨水再混勻。

14. 砷(As)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48。

二氯化錫, ГОСТ 36—40, 10%的溶液。

金属鋅(不含砷), ГОСТ 989—41。

含As溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

溴化汞試紙, 按ГОСТ 4517—48制备。

醋酸鉛試紙, 按ГОСТ 4517—48制备。

二) 測定手續

秤取100g(55ml)样品, 秤准至0.01g, 加入3ml 硝酸并蒸发至15ml。如硝酸尚未完全排除(以二苯胺試驗), 加水稀释残渣, 并重新蒸发。重复此項操作直到硝酸完全蒸发为止。冷却残渣, 加入70ml水, 移入定砷器的广口瓶內(见图)。加2滴二氯化錫溶液及5g鋅, 迅速盖好并将其置于暗处。

如溴化汞試紙所呈之顏色在二小时后不深于在同样条件下因受标准溶液作用之反应而呈现的顏色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积中含有同量硫酸(“化学純”)二氯化錫, 金属鋅, 及下列As量:

“化学純”样品-----0.003mg As

“分析純”样品-----0.003mg As

“純”样品-----0.01 mg As

15. 硒(Se)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

磷酸, 比重1.7。

磷酸可待因, 4%的溶液。

含Se溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

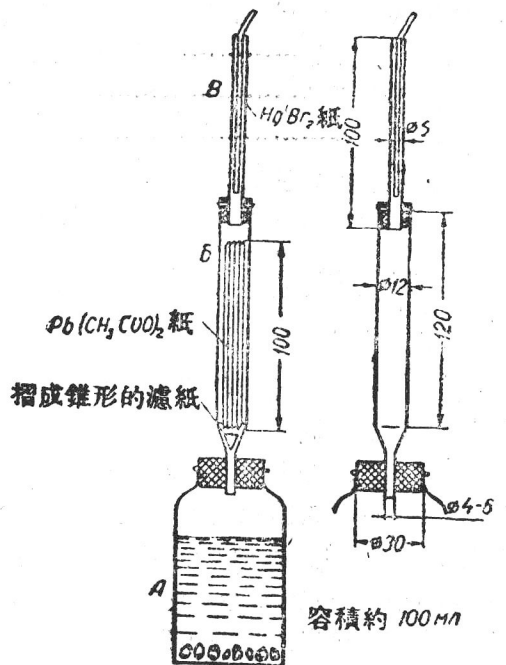
秤取 20g(11ml)样品, 准确至 0.01g, 加入1ml磷酸及0.1ml磷酸可待因。

如試液所呈现的顏色經五分鐘不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为在同体积中含 20g 硫酸“化学純”, 1ml磷酸, 0.1磷酸可待因, 并含有Se量:

“化学純”样品-----0.04mg Se

“分析純”样品-----0.1 mg Se

“純”样品-----0.2 mg Se



注：磷酸可待因溶液要最后加入冷溶液中。

16. 銨盐(NH_4)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

不含 NH_4 之氫氧化鈉15%之溶液，按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

含 NH_4 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

納氏試剂，按 ГОСТ 4517—48 配制。

二) 測定手續

称取10g(5.5ml)样品准确至0.01g，置于有15ml水之150ml烧瓶內，以氫氧化鈉溶液中和，加水至70ml，再加10ml氫氧化鈉溶液。然后自烧瓶蒸餾出50ml液体收集于装有50ml水的量筒內，加2ml納氏試剂于此溶液中并混勻之。

如試液所呈現的顏色不深于标准溶液所呈現的顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积內，含有2ml納氏試剂，及下列 NH_4 量：

“化学純”样品……………0.01mg NH_4

“分析純”样品……………0.03mg NH_4

“純”样品……………0.1 mg NH_4

17. 还原物量 KMnO_4 的測定

于60ml蒸餾水中加入20ml所測酸，并在冷却后加0.01N的高錳酸鉀溶液(ГОСТ 4527—48)，及：

“化学純”样品……………0.5ml

“分析純”样品……………0.5ml

“純”样品……………1ml

如試液所呈現的粉紅色經五分鐘仍未消失，則認為样品符合标准。

将此溶液的顏色应与20ml所測酸加有60ml蒸餾水之稀釋液相比較。

18. 沙瓦尔(Саваль)氏試驗。

在40—50ml沙瓦尔烧瓶內(頸长8—10cm)加入10ml乙醇(符合于OCT НКТП278者)。在不断搖动下加入10ml所測硫酸，分3—4次迅速加入瓶內。

繼續振蕩，将瓶与其內容物放在酒精灯火焰上部(灯高4—5cm)，并加热至液面发生气泡为止(通常需30—45秒)。

如冷后瓶內液体仍为无色，則認為样品符合标准。

IV. 包装及标志

19. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为11或12。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 3118—46
	試 剂	代 替 OCT HKTH 7398/552
	盐 酸	Л 5 1 組

盐酸为氯化氢(HCl)的水溶液。

分子量(根据1943年国际原子量)——36.47; 10g=1.56194

工. 技术条件

1. 外观——无色透明, 在空气中发烟的液体。“純”品容許帶微黄色。
2. 比重 d_4^{20} 在1.174……1.1885之間。
3. 氯化氢(HCl)含量須在35.0……38.0%之間。
4. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂 质 名 称	标 准		
	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 不挥发性残余物	0.001	0.002	0.01
(2) 硫酸盐(SO ₄ ⁼)	0.0002	0.0005	0.002
(3) 亚硫酸盐(SO ₃ ⁼)	0.0006	0.001	0.002
(4) 游离氯(Cl ₂)	0.0002	0.0002	0.001
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.001
(6) 鉄(Fe)	0.00005	0.0001	0.0005
(7) 砷(As)	0.000005	0.00001	0.00002

II. 驗收規則

5. 将交来的每批样品逐瓶进行外观检查。
6. 自每批总瓶数中取10%, 但总数少时亦不得少于两瓶。
7. 从每个选出的瓶中按容积的比例取样, 移入清洁干燥带磨口塞之玻璃瓶内并小心混合。所取样品的总重不得少于1.5kg。
8. 所制平均样品分成等量放于两个清洁干燥带磨口塞之玻璃瓶内, 瓶上貼以标签并标明: 出品厂名称, 样品名称, 酸的品級(“化学純”, “分析純”, “純”)制备時間, 批号, 取样日期及地点。

其中一瓶样品送往工厂試驗室进行分析, 而另一瓶应密封保存两月以备仲裁分析用。

仲裁分析的試驗室应由有双方協議选定。

III. 測定方法

9. 外观之測定——将所測之酸小心混勻, 注25ml于25ml的量筒(带磨口塞)中。沿量筒直径对光观察所測酸, 如为透明, 而不含悬浮顆粒, 并与注入同样量筒之25ml 蒸餾水比較时其顏色无异, 則此酸即符合“化学純”或“分析純”品級。若样品为微黄色, 即属于“純”級。

化学工业人民委员会提出

全苏标准委员会批准

实施日期

1946年2月7日

1946年6月1日

試 劑。 鹽 酸

ГОСТ 3118—46

10. 比重的測定：以最小刻度至0.001g/cm³的比重計 (ГОСТ 1300—41“通用比重計”) 所測之酸在溫度20°C，進行比重的測定。

11. 氯化氫含量的測定

一) 需用試劑：

氫氧化鈉，OCT 17375—40。

甲基橙。

蒸餾水。

二) 試驗手續

注15ml 水于帶磨口塞的小型錐形瓶內并秤重準確到0.0002g，然後從移液管迅速注入約3ml 本樣品，往復搖混瓶中含物，蓋好瓶塞，再秤重量到同樣準確度。由兩次秤重結果之差便得到秤樣之重量。

用1N的氫氧化鈉溶液滴定瓶內含物，以甲基橙作指示劑。

氯化氫百分含量(X₁)可按下式計算：

$$X_1 = \frac{V \cdot 0.03647 \cdot 100}{G}$$

式中：

V——滴定時所用恰為1N的氫氧化鈉溶液體積，以ml計；

G——試驗劑的秤重以g計；

0.03647——相當于1ml恰為1N的氫氧化鈉溶液的氯化氫量，以g計。

氯化氫含量可用下表按比重查出：

%HCl	d ₄ ²⁰
35	1.1740
36	1.1789
37	1.1837
38	1.1885

12. 不揮發殘余物含量的測定

一) 需用試劑：

硫酸，OCT HKTH 3573。

二) 測定手續

于預先秤好的白金皿中注入85ml 100g 樣品，其準確至0.1ml，加入1滴硫酸（比重1.84）并在水浴上蒸干。小心加熱白金皿使硫酸煙排除，然後灼燒五分鐘，在呈櫻紅色紅熱時放干燥器內冷卻，并秤准至0.0002g。

如殘渣灼燒後的重量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準。

“化學純”樣品……………1mg

“分析純”樣品……………2mg

“純”樣品……………10mg

13. 硫酸鹽含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

碳酸鈉, ГОСТ 84—41。

硫酸鈉化学純品, OCT HKTH 7371/525。

盐酸, 化学純品, ГОСТ 3118—46。

氯化銀, 化学純品, OCT HKTH 7394/548。

蒸餾水。

含硫酸离子的溶液。将在100°C干燥的硫酸鈉 1.478g 溶于水中, 并加水到1l。取此溶液 10ml 用水稀释到100ml。所制溶液1ml 含有0.1mg SO_4^{2-} 。

氯化銀溶液。溶解20g氯化銀于90ml 水內, 必要时过滤, 加入2.5ml 化学純的盐酸(比重1.17—1.19)并加热液体到沸騰。将0.25g 淀粉, 用7.5ml 水調勻后, 搅拌加入于热溶液中。溶液在冷却后应用。

二) 測定手續

于瓷皿中注入21ml(25g)样品准确至0.1ml, 加0.02g碳酸鈉并在水浴上蒸干。将干燥残渣溶于水, 必要时过滤将此液体移入的50ml 錐形瓶中并加水到20ml, 再加入2ml 氯化銀溶液。

如所生成之混浊經過五分鐘不深于标准溶液所生成之混浊时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为20ml 的体积中含有0.02g碳酸鈉, 以及下列 SO_4^{2-} 量:

“化学純”样品……………0.05mg SO_4^{2-}

“分析純”样品……………0.125mg SO_4^{2-}

“純”样品……………0.5mg SO_4^{2-}

并含有与試液同时配成的氯化銀溶液 2ml。

14. 亚硫酸含量的測定

(在試剂不含游离氯时进行)

一) 需用試剂:

碘化鉀, 化学純品, OCT HKTH 7384/538。

金属碘, OCT HKTH 6277/257, 0.01N的溶液。

新蒸餾經冷却的蒸餾水。

二) 測定手續

于50ml 水中加入1g碘化鉀及:

“化学純”样品……………0.01N的碘溶液0.1 mg

“分析純”样品……………0.01N的碘溶液0.15mg

“純”样品……………0.01N的碘溶液0.3 mg

再加入1.5ml 0.5%的淀粉溶液。

取5ml(6g)本样品, 准确至0.1ml, 溶于50ml 水中, 加到所得的溶液中。

如溶液的蓝色完全不消失, 則認為样品符合标准。

15. 游离氯含量的測定

(在样品不含亚硫酸时进行)

一) 需用試剂:

磷酸氢二鈉, OCT HKTH 7369/523, 饱和溶液。

試 劑。 鹽 酸

ГОСТ 3118—46

碘化鉀，化學純品，OCT НКТП 7384/538，2%的溶液。

三氯甲烷，ГОСТ 1539—42。

新制出經冷卻的蒸餾水。

二) 測定手續

于100ml量筒(帶磨口塞)中注入25ml“化學純”或“分析純”的样品及25ml水或5ml“純”样品及45ml水。

然后于量筒中加入1ml磷酸氫二鈉飽和溶液，1ml2%碘化鉀溶液，2ml三氯甲烷并小心混合量筒中含物。

如三氯甲烷在剛混合完后仍无色，則認為样品符合于标准。

16. 硫化氫組重金屬含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

鹽酸，化學純，ГОСТ 3118—46。

氨水，OCT 17403—38。

醋酸，ГОСТ 61—40。

醋酸鉛，ГОСТ 1027—41。

蒸餾水。

含鉛溶液：將1.831g新重結晶的醋酸鉛溶解于以1ml醋酸酸化的水中。加水使溶液體積稀至1ml。取此溶液10ml以水稀釋到100ml。所得溶液1ml含0.1mg鉛。

二) 測定手續

于瓷皿中注入21ml(25g)样品，其準確度至0.1ml在水浴上蒸干，加入五滴鹽酸(比重0.125)并用水將蒸发皿內含物洗除至100ml的錐形瓶內。以氨液中和(用石蕊試紙作指示劑)，加入1ml醋酸，稀釋至50ml，再加入5ml新制备之硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色經10分鐘不深于同時制备之标准溶液所呈現的顏色時，則認為样品符合标准。标准溶液为同體積中含同量鹽酸，氨水，醋酸，硫化氫水，及下列鉛量：

“化學純”样品……………0.05mg鉛

“分析純”样品……………0.125mg鉛

“純”样品……………0.25 mg鉛

17. 鐵含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

氨水，OCT 17403—38。

鹽酸，化學純品，ГОСТ 3118—46。

磺醯水楊酸，OCT 2495。

鐵銨矾，OCT 2904。

硫酸，化學純品，OCT НКТП 3573。

蒸餾水。

含鐵溶液，使0.8635g新重結晶的化學純的鐵銨矾溶解于水。將12.5ml硫酸(比重1.11)使其加入溶液中稀釋至1l。取此溶液10ml，加水稀釋到100ml。所得溶液1ml含有0.1mg鐵。

二) 測定手續

于75—100ml錐形瓶內注入8.5ml(10g)样品 称准至0.1ml, 加入約28ml10%氨液(至石蕊試紙在溶液中变蓝时为止)。再以数滴 盐酸 使溶液酸化(至試紙显紅色时), 加5ml10%之磺醴水杨酸溶液, 小心搅混, 再加入5ml10%氨液并重新搅混。

同时配制鉄的标准溶液。其法于20ml中加:

“化学純”样品……………0.005mg鉄

“分析純”样品……………0.01 mg鉄

“純”样品……………0.05 mg鉄

并加水使其达到氨水中和后之試液体积。然后加入与加試液中同量的盐酸及5ml磺醴水杨酸。将此溶液小心搅混, 于其中加入5ml10%的氨液, 再重新搅混。

如試液所呈现黄色不深于标准溶液所呈之顏色时, 則認为样品符合标准。

18. 砷含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, 化学純品, OCT HKП 2689。

硫酸, 化学純品, OCT HKП 3573。

二苯基胺, OCT HKП 8008/930。

金属鋅(不含砷), ГОСТ 989—41。

二氯化錫, ГОСТ 36—40。

玻璃状无定形的白砷(三氧化二砷), ГОСТ 1973—43。

氢氧化鈉, OCT 17375—40。

溴化汞。

精餾乙醇, OCT HKП 278。

蒸餾水。

含砷溶液: 将1.320g玻璃状(无定形的)白砷或同量之 升华 As_2O_3 溶解于10ml10%的氢氧化鈉溶液并加水至1l, 取此溶液2ml再加水稀释到1l, 所得溶液1ml含有0.002mg砷。

溶液应是新配制的。

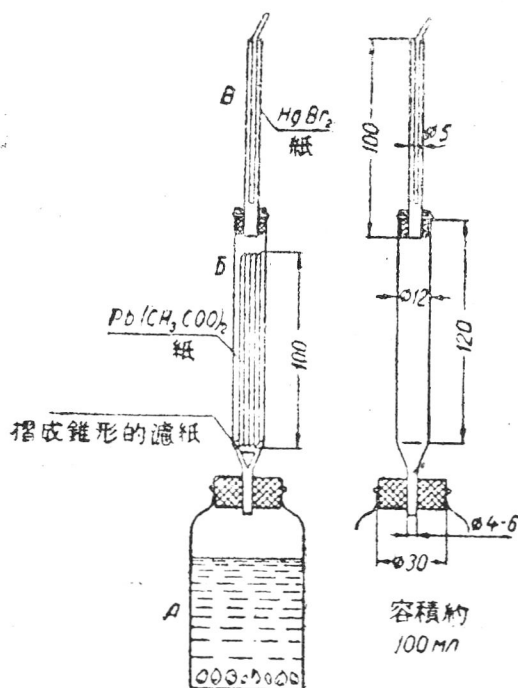
溴化汞試紙: 使无灰滤紙浸于25ml酒精溶液內含有1.25g溴化汞的溶液中一小时。經处理之滤紙置玻璃上在空气中干燥。

二) 測定手續

于瓷皿中注入8ml硝酸(比重1.4)加热到60°C, 加入17ml(20g)样品, 5ml硫酸(比重1.84)并先在水浴上蒸发, 然后在沙浴上置至放出硫酸烟为止。如这时硝酸未完全被排除时(用二苯基胺試驗), 則加水稀释残余物, 并重新蒸发, 重复此項操作直到硝酸完全排除为止。使蒸发皿内容物冷却, 加入35ml水稀释并移入定砷器(Зангер—Блек仪器)之广口瓶內(见图)。往瓶內加入40ml硫酸(由比重1.84)1:7的稀溶液 3g不含砷之金属鋅及2滴10%的二氯化錫溶液。

如溴化汞試紙所呈之顏色二小时后不深于同容积标准溶液中于同样条件下所呈之顏色时, 則認为样品符合标准。标准溶液为同体积內含有同量之硫酸, 不含砷之金属鋅, 二氯化錫, 以及下列砷量:

“化学純”样品……………0.001mg 砷



“分析純”样品……………0.002mg 砷

“純”样品……………0.004mg 砷

IV. 包装及标志

19. 盐酸須包装于透明无色带严密深磨口塞的玻璃瓶內。每瓶淨重由 0.5 至 5kg 者，其間隔为 0.25kg，而由 5 至 10kg 者，其間隔为 0.5kg。在塞子外面复盖羊皮紙，表面并以石膏封上。当包装盐酸淨重在 2kg 以下时，可用油灰(Менделеев)代替石膏。

20. 在玻璃瓶上貼以标签并标明：出品厂名称，試剂名称，其品級(“化学純”，“分析純”，“純”)制备時間，酸的数量，批号，分析項目及“ГОСТ 3118—46”。

代替：

ГОСТ 4328—48	代替	ОСТ 17375—40
ГОСТ 4204—48	代替	ОСТ НКТП 3573
ГОСТ 4171—48	代替	ОСТ НКТП 7371/525
ГОСТ 4108—48	代替	ОСТ НКТП 7394/548
ГОСТ 4232—48	代替	ОСТ НКТП 7384/538
ГОСТ 4159—48	代替	ОСТ НКТП 6277/257
ГОСТ 4172—48	代替	ОСТ НКТП 7359/523
ГОСТ 3760—47	代替	ОСТ 17403—38
ГОСТ 4478—48	代替	ОСТ 2495
ГОСТ 4205—48	代替	ОСТ 2904
ГОСТ 4461—48	代替	ОСТ НКТП 2689

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 841—41
	試 剂	代替 OCT HKTP
	偏 磷 酸	Л 5 1 組

Ⅰ. 定 义

1. 本样品为偏磷酸，所含偏磷酸钠不得超过40%。

Ⅱ. 类 别

2. 本样品仅制造“純”級产品一种。

Ⅲ. 技 术 条 件

3. 本样品为无色透明的薄片或棒状物，在空气中潮解，并失去光泽。

4. 本样品应符合于蛋白溶液的試驗(按照ГОСТ a 中第8条)。

5. 鹼金属及鹼土金属的含量换算为 NaPO_3 后不得超过40%。

6. 容許杂质的最大量，以百分数計：

(1) 正磷酸和焦磷酸及其盐类(换算为 H_3PO_4)..... 5

(2) 氯化物(Cl^-) 0.005

(3) 硫酸盐(SO_4^-) 0.01

(4) 硝酸盐(NO_3^-) 0.001

(5) 鉄(Fe) 0.005

(6) 重金属(换算为 Pb) 0.002

(7) 还原物质 KMnO_4

本品应当符合于第十条“7”节的实验

Ⅳ. 驗 收 規 則

7. 从每一批中分别取样。每瓶样品須經外观检查。从每批总瓶数中取10%但批小时不得少于两瓶以制备平均样品。从所选出的每瓶中比例取样放入洁淨干燥带有磨口塞的广口瓶中并混勻所得的平均样品。

所取样品的总重不得小于0.25Kg。

将平均样品分成两部分，分别放在两个洁淨干燥細磨口的广口瓶中。

每个广口瓶上貼以标签注明：出品厂名称，試剂名称，品級，“純”批号，取样地点及时间。

将每个广口瓶紧閉，取一瓶送交出品厂为分析之用，另外一瓶自取样之日起在工厂中保存三个月以备仲裁分析之用。

仲裁分析所用之实验室按双方協議选定。

Ⅴ. 实 驗 方 法

8. 蛋白溶液試驗：

在500ml的量瓶內放1g样品，秤准至0.01g，溶解于水并且加水至刻度——溶液a。

苏联人民委员会 化学工业人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年6月10日	实 施 日 期 1941年8月1日
------------------------	-------------------------	----------------------

試 劑。 偏 磷 酸

ГОСТ 841—41

同时按下法配制蛋白溶液：于預先秤过的烧杯內放入一新鮮鸡蛋的蛋白，然后秤其重量，并且加入計算量的水以得出20%的蛋白溶液。溶解蛋白时須小心地搖动烧杯以免形成泡沫，最后将溶液以折疊滤紙过滤——溶液6。

于5ml 6溶液中加入5ml 水內，小心地混合，再加入2.5ml 溶液a，并重新搖混，此时应立即呈现乳白色物。

溶液a和溶液6应为新配制者。

9. 砷和砷土金属的測定(換算为 NaPO_3)

秤取50g样品，秤准至0.01g，溶解在200ml水中并将溶液煮沸两小时，应随时加水以保持原来的体积，将冷溶液倒在250ml容量瓶內并加水至刻度——溶液B。

所得溶液B用于第9条試驗及第十条內3、5、6条节所規定的測定。

在測定砷金属及砷土金属的含量时，用移液管取出10ml(相当于2g的样品)的溶液B，用水稀释至210ml加热至沸騰，再加40ml 30%的醋酸鉛热溶液(以1ml 98—100%的醋酸試剂)使溶液成酸性。約經一小时，将放置的液体經过滤紙傾出125ml在混浊的时重复过滤以得透明溶液。然后取出所得滤液100ml，然后通硫化氢将鉛沉淀，使溶液中的鉛全部沉淀时为止。靜置后經滤紙傾出50ml(相当于0.4g样品)液体放在預先秤过的白金皿或石碇皿內，加入0.5ml的硫酸——試剂(比重1.84)将皿內物质在水浴上蒸干，然后在沙浴上加热，赶走硫酸蒸汽灼热至恒重。

由 Na_2SO_4 換算成 NaPO_3 的因数是1.436； \log ——0.15715。

注：因所用的醋酸鉛中可能含有砷金属及砷土金属等杂质，故需根据基本試驗的条件以单独試驗定出所含杂质量以校正上述計算的結果。

10. 杂质含量的測定

測定杂质(除正磷酸，焦磷酸和其盐类外)的含量时所取样品应秤准至正0.01g。

1) 正磷酸焦磷酸和其盐类含量測定(換算为 H_3PO_4)秤取約5g样品秤准至0.0002g，放入200ml干燥烧杯中，再加入20ml 10%的氨水和30ml水的混合溶液不时搖混，使其溶解。

待样品溶解后加入一滴酚酞及甲基紅指示剂于样品溶液中，結果呈现深紅色，然后开始滴入盐酸(比重1.12)至溶液顏色开始由深紅变黄，繼之由黄变橙(甲基紅顏色的轉变)加入含鎂酸性混合物50ml(参看法)。

再于溶液中不停混搖。滴加10%氨水至溶液显深紅色(因酚酞作用)。

然后加入25%的氨水，其量为原液体积1/5，放置次日，将液体用无灰滤紙(直径7cm有白帶者)过滤杯中沉淀与滤液一起倒在滤紙上，然后用1—2N氨溶液(含2—3%硝酸鉍)洗滌滤紙与沉淀，至所取洗液一部經硝酸酸化后无 Cl^- 反应为止。作氯化物測定时上述的洗液不得超过100ml仅于以前洗液全部由滤紙上流出后再加入新的洗液，然后将沉淀与滤紙一起放入預先秤过的瓷坩堝內烘干，并小心灼烧务使滤紙灰化但不发火，然后盖上坩堝，并开始在小火上灼烧，最后在馬弗炉內或在噴灯(吹管)上烧至恒重。

$\text{Mg}_3\text{P}_2\text{O}_7$ 的重量換算为 H_3PO_4 重量的系数为0.88054； \log ——1.94475。

注：为配制含鎂的酸性混合液，取5g“分析純”的氯化鎂結晶及10g“分析純”的氯化鉍溶解于水中。将所得溶液加一滴甲基橙用盐酸酸化呈现粉紅色，以水稀释至100ml并过滤之。

2) 氯化物(Cl^-)。在50ml的錐形瓶中以40ml水溶解5g样品并加入1ml 0.1N的硝酸銀溶

液。經10分鐘后所呈現的乳色不應深于標準溶液所呈現的乳色；標準溶液為同體積中含有2ml“化學純”或“分析純”的硝酸(比重1.15)1ml 0.1N的硝酸銀溶液及0.25mgCl⁻。

注：含Cl⁻的標準溶液的配制：溶解1.649g預先微燒的氯化鉍(試劑)于水中，加水至1l——溶液A。

將25ml溶液A以水稀釋至100ml——溶液B

1ml溶液B中含有0.25mgCl⁻。

3) 硫酸鹽(SO₄²⁻)：在50ml(相當于10g樣品)的溶液B中(參看第9條)加熱煮沸溶液。加入5ml 10%的氯化鉍溶液，在室溫下放置18—20小時，然後將溶液用預先秤過的瓷過濾坩堝過濾(A₁或A₂)冷水洗滌沉淀至無Cl⁻反應，烘干并灼燒至恒重。

灼燒沉淀的重量不得超過2.5mg。

將BaSO₄重量換算成SO₄²⁻重量的系數為0.41153；log—1.61440。

注：沒有瓷過濾坩堝時可用四號玻璃過濾坩堝過濾溶液，用冷水洗滌沉淀至無Cl⁻反應，在150°C烘干至恒重。

4) 硝酸鹽(NO₃⁻)：于50ml洗淨的錐形瓶中放入2g樣品，加入2ml含有5mg NaCl溶液(參看注1)，然後加靛藍溶液B(參看注2)。

待樣品溶解后，于溶液中加入10ml硫酸(比重1.84)搖混并放置10分鐘，然後加入15ml水并且所得到的溶液顏色與標準溶液相比較，標準溶液為同體積中含有同量的NaCl，靛藍溶液B，硫酸(比重1.84)及0.02mgNO₃⁻。

標準溶液與試驗溶液同時配制。

試驗溶液的顏色不應淺于標準溶液的顏色。

注：1. 配制NaCl溶液時，溶解0.5g NaCl(試劑)于200ml水內，所得的溶液2ml含有5mg NaCl。

2. 配制靛藍溶液時，稱取5g合成靛藍，加入20ml H₂SO₄(比重1.84)在水浴上加熱，并不時攪拌至靛藍溶解，所得溶液放冷后：加到150ml的水中，并加水稀釋至200ml——溶液A(1:40)。

將0.8ml溶液A以水稀釋至100ml——溶液B(1:5000)。

溶液A約可保存一年，溶液B應為新配制者。

3. 配制含有NO₃⁻的標準溶液時，溶解1.631g置于105°C烘干之KNO₃(試劑)于水中，并將所得的溶液以水稀釋至1l——溶液A。

將溶液A 5ml以水稀釋至250ml——溶液B。

1ml溶液B含有0.02mgNO₃⁻。

5) 鐵(Fe)：于50ml的錐形瓶內放入2.5ml(相當于0.5g樣品)的溶液B(參看第9條)加水至10ml，加2ml 10%磺基水楊酸，攪拌燒瓶內的溶液，然後加5ml 10%氨水，從新攪拌，試液所呈現的黃色不應深于標準溶液所呈現的顏色，標準溶液配制方法如下：于10ml含有0.025mg鐵的水溶液中加入2ml 10%的磺基水楊酸，將所得的溶液攪拌，加入5ml 10%的氨水，并重新攪拌。

注：配制含鐵標準溶液時，溶解8.635g鐵銹(化學純的新鮮重結晶的)于水中，加25ml H₂SO₄(比重1.11)，將所得溶液以水稀釋至1l——溶液A。

將2.5ml溶液A以水稀釋至100ml——溶液B。

1ml溶液B含有0.025mg鐵，溶液B應為新配制者。

6) 重金屬(換算成Pb)：于25ml(相當于5g樣品)的溶液B中(參看第9條)加入濃氨水使在中性紅的試紙上呈弱鹼性反應(參看注3)然後于溶液內，加入1ml 98—100%的醋酸(試劑)以水稀釋至46ml并加入10ml新制的硫化氫溶液經過十分鐘后，試液所呈現的顏色不應深于標準溶液所呈現的顏色，標準溶液為同體積內含有5g不含重金屬的偏磷酸(預先用濃氨水中

和至对中性紅試紙呈弱硷性反应)同量的醋酸(試剂)新配制的硫化氢溶液和 0.1mgPb。

注: 1. 配制Pb的标准溶液时; 溶解1.831g新結晶的醋酸鉛(試剂)于水中; 用1ml98—100%的醋酸(試剂)酸化溶液, 以水稀释至1l——溶液A。

将10ml溶液A加水至100l——溶液B。

1ml溶液B含有0.1mgPb, 溶液B应为新配制者。

2. 沒有不含重金屬之偏磷酸时, 标准溶液应按下法配制: 将50ml(相当于10g样品)的溶液B(參看第9条)用浓氨水中性和至对中性紅試紙呈弱性反应。然后加2ml98—100%的醋酸(試剂), 加水至90ml, 再加入10ml新制的硫化氢溶液, 并将溶液放置一夜, 然后将透明液体用濾紙过滤。

配制标准溶液时, 取50ml濾液, 加入0.1mgPb及5ml新配制的硫化氢水溶液。

3. 用以代替石蕊試紙的中性紅試紙下述方法配制: 将0.1g中性紅指示剂溶解于20ml0.01N的酸溶液中液并将該溶液以水稀释至200ml然后将濾紙(最好用无灰濾紙条)浸入指示剂溶液中, 經几秒钟, 再用水洗滌試紙并浸入0.01N的氢氧化鈉溶液中, 至紙的顏色变为橙黃色, 然后将从氢氧化鈉溶液中取出来。仔細在流水中冲洗5—10分鐘后烘干之。

所制备的中性紅試紙, 为粉紅色, 在硷液中呈黄色, 在酸液中呈深紅色; 在强酸液中呈藍色。

7) 还原物质 $KMnO_4$ 。溶解10g样品于20ml水中, (不加热)加入1ml0.01N的 $KMnO_4$, 将溶液加热至沸騰, 并放置在沸水浴上10分钟, 溶液的粉紅色不应完全消失。

注: 本試驗所用的蒸餾水应預先与高錳酸鉀置放一起蒸餾。

VI. 包裝及標誌

11. 样品裝于玻璃細磨口塞, 或好木塞的广口瓶中, 塞下护以油紙, 上面用膠囊或腊及油紙封住。

淨重在0.1kg与2kg之間, 每种包裝淨重之間隔为50g。

12. 每瓶貼以标签并注明: 出品厂名称, 試剂名称, 品級“純”制造時間, 重量, 批号, 分析項目检查者的簽証及“ГОСТ841—41”。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4528—48
	試 剂	代 替 OCT НКПП 6415/323
	硝 酸 鈷	Л 5 1 組

硝酸鈷为暗紅色結晶，有潮解性，易溶于水。

分子式： $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——291.05。

工. 技 术 条 件

1. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.005	0.01
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.01	0.02
(4) 鉄(Fe)	0.0005	0.0005	0.001
(5) 鋅(Zn)	0.02	0.05	0.1
(6) 鎳(Ni)	0.02	0.05	0.5
(7) 硫化氫組重金屬(Cu)	0.005	0.02	0.05
(8) 砷及砷土金屬(硫酸盐)	0.1	0.2	0.5

注：如样品內所含Ni量不超过0.005%。則可于品級上加注“无鎳”二字。

II. 取 样

2. 取樣按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得小于0.5kg。

III. 測 定 方 法

3. $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

硫酸銨，ГОСТ 3769—47。

結晶硫酸鈉。ГОСТ 429—41。

氨水，ГОСТ 3760—47。

硫化銨，ГОСТ 3767—47。

精餾乙醇，OCT НКПП 278。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品約0.5g称准至0.0002g，于磁皿內。加2ml硫酸，小心依次在水溶和沙溶上蒸发至硫酸发烟，将皿內的残渣用水洗入烧杯中，以备电解。加3g硫酸銨，0.5g硫酸鈉，30ml

化学工业部提出

全苏标准委員會批准

实 施 日 期

1948年12月4日

1949年6月1日

氨水，并加水到125ml。在40—50°C 搅拌电解液进行电解，其电流强度为3—5A 电压为3—5V 到电解液退色后，再继续电解20分钟。用以下方法检查鈷是否沉淀完全，取0.5ml 电解液于試管中，加入少量的一硫化銨溶液，如溶液呈现暗黑则表示鈷的沉淀作用尚未完全电解完毕。

不关闭电流，把放在下面并装有电解液的烧杯移出換以盛水的两个烧杯，以水洗滌电极，然后关闭电流，用酒精洗干阴极，在烘箱内烘約5分钟，放入干燥器内，冷后称重。

CO(NO₂)₂·6H₂O含量的百分数(X)，依下式計算：

$$X = \frac{G_1 \cdot 4.93807 \cdot 100}{G} = \frac{493.807 \cdot G_1}{G},$$

式中：

G₁——阴极的增重以g計；

G——样品的重量以g計；

4.93807——鈷之重量換算成Co(NO₂)₂·6H₂O重量的系数。

4. 水不溶物含量的測定

称取样品50g 称准至0.01g 溶解在200ml 蒸餾水中。将溶液在水浴上加热1小时，用玻璃或瓷的过滤坩埚过滤，用热蒸餾水洗滌沉淀于105—110°C 烘干至恒重。

如烘干后残渣的重量不大于下列数值則認为本品样品符合标准：

“化学純”.....1mg

“分析純”.....2.5mg

“純”.....5mg

注：将滤液及前几次的洗液收集于250ml 的量瓶内，并加入蒸餾水至刻度——溶液A，以备以下試驗之用。

5. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 溶液。

含Cl⁻ 溶液，按ГОСТ 4212—48，配备。

蒸餾水，

用下法配制不含氯的样品：取20ml 溶液A 加40ml 水4ml 硝酸及4ml 硝酸銀溶液过滤，每一个标准溶液可用17ml 滤液配制之。

二) 測定手續

取5ml 溶液A，加15ml 水，1ml 硝酸和1ml 硝酸銀溶液。

如試液所呈现的乳色經15分钟不深于标准溶液所呈现的乳色时，則認为样品符合标准，标准溶液为同容积中含有无氯的硝酸鈷溶液17ml 及下列Cl量：

“化学純”.....0.02mgCl

“分析純”.....0.05mgCl

“純”.....0.1mgCl

注：1. 应将硝酸銀溶液同时加入被比較的各溶液中

2. 如有不含Cl的硝酸鈷則配制每个标准溶液，应取1g 样品，加1mg 硝酸，1mg 硝酸銀，相当量的水，及氯

ГОСТ 4528—48

試 剂。 硝 酸 結

化物(Cl^-)的溶液。6. 硫酸盐(SO_4)含量的测定

一) 需用试剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19及1.12。

氯化钡, ГОСТ 4108—48, 10%溶液

硝酸银, ГОСТ 1277—14。

蒸馏水。

二) 测定手續

称取样品10g, 称准至0.01g, 溶于25ml水中。加8ml盐酸, (比重1.19)在水浴上蒸发至干。以0.5ml HCl(比重1.12)湿润其残渣, 然后将其溶解于100ml水中。将溶液过滤, 并加热煮沸, 加2ml BaCl_2 溶液。静置18—20小时, 析出之沉淀, 用瓷过滤坩埚过滤, 并洗至不含 Cl^- (用 AgNO_3 試驗)为止, 干燥, 并灼烧至恒重。

如灼烧后残渣的重量不超过下列数值时, 则認為样品符合标准:

“化学純”.....1.2mg

“分析純”.....2.4mg

“純”.....4.8mg

注: 如所用HCl中含有 SO_4^{2-} 时, 则其测定的結果应加以适当的校正。

7. 鉄(Fe)含量的测定

一) 需用试剂及溶液:

不含Fe的氯化钡, 按ГОСТ 4517—48配制。

氨水, ГОСТ 3760—47, 25—27%及10%溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 1N溶液。

磺酰水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10%溶液。

含鉄溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸馏水。

洗液——以5g氯化钡, 5ml 25—27%的氨水, 溶解在100ml水中。

二) 测定手續

于10ml溶液A中, 加水至50ml, 并加5g氯化钡, 将溶液加热至开始沸騰时, 再加15ml的氨水, 一小时后用无灰滤紙过滤, 沉淀用洗液洗至滤紙的粉紅色消失, 再用热水洗滌两三次, 先过的沉淀, 用10ml的硫酸溶液溶解。并用30ml水洗滌滤紙, 将所得到的溶液和洗液收集于錐形瓶内, 加入5ml磺酰水杨酸, 搅拌加入7ml 10%的氨水并再搅拌之。

如試液所呈现的顏色不深于标准溶液所呈现的顏色时, 则認為样品符合标准。

标准溶液为40ml的溶液中, 含有10ml的硫酸溶液, 及下列Fe量:

“化学純”样品.....0.01mgFe

“分析純”样品.....0.01mgFe

“純”样品.....0.02mgFe

加入5ml磺酰水杨酸溶液, 搅拌, 加入7ml 10%的氨溶液再搅拌之。

8. 鋅(Zn)含量的测定

試 劑。 硝 酸 鈷

ГОСТ 4528—48

一)需用試劑及溶液:

氫氧化鈉, ГОСТ 4328—48 10%溶液或

氫氧化鉀, ГОСТ 4203—48 10%溶液。

溴, ГОСТ 4109—48, 飽和水溶液(溴水)。

醋酸, ГОСТ 61—40, 30%溶液。

硫化氫溶液, 按 ГОСТ 4517—48 配制。

結晶醋酸鈉, ГОСТ 199—41。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%。

含 Zn^{++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二)測定手續

于10ml溶液A中, 加20ml 水, 8ml 氫氧化鈉或氫氧化鉀溶液, 0.5ml 溴水, 加熱至沸, 并加水至40ml。經10—15分鐘后, 濾出20ml 溶液, 于瓷皿內, 以一小塊石蕊試紙為指示劑用醋酸中和, 在水浴上蒸發至將干時。用0.5ml 醋酸濕潤殘渣, 以15ml 的水洗入錐形瓶中, 再加10ml 新配制的硫化氫溶液。

如試液所呈現的乳色經十分鐘后不深于標準溶液所呈現的乳色時則認為樣品符合標準: 標準溶液15ml 溶液中, 含有0.4g 醋酸鈉, 及下列Zn量:

“化學純”.....0.2mgZn

“分析純”.....0.5mgZn

“純”.....1mgZn

以一小塊石蕊試紙為指示劑, 加入氨水至呈中性反應。然后用0.5ml 的醋酸溶液酸化, 再加10ml 新配制的硫化氫水溶液。

9. 鎳(Ni)含量的測定

一)需用試劑及溶液:

二甲基乙二醛肟。OCT 443, 1%酒精溶液。

結晶醋酸鈉, ГОСТ 199—41。

蒸餾水。

二)測定手續

于10ml 溶液A中, 加水至300ml, 加熱至沸騰, 加40ml 二甲基乙二醛肟溶液和3g 的醋酸鈉, 3小時后, 用玻璃或瓷過濾坩堝過濾。濾器上的沉淀, 用熱水洗滌在110—120°C, 烘干至恒重。

烘干后殘渣的重量不大于下列數值時, 則認為樣品符合標準。

“無鎳”樣品.....0.5mg

“化學純”樣品.....2mg

“分析純”樣品.....5mg

“純”樣品.....50mg

10. 硫化氫組重金屬(Cu)含量測定

一)需用試劑及溶液:

ГОСТ 4528—48

試 劑。 硝 酸 鈷

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

硫化氫水溶液, 按 ГОСТ 4517—48配制。

含Cu溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

不含重金屬的样品, 用以下方法配制: 于40ml溶液A中, 加20ml水, 4ml盐酸和 20ml新配制的硫化氫水溶液, 經16—18小时后, 将溶液过滤, 每一个标准溶液用21ml的所得的滤液配制。

二)測定手續

于10ml溶液A中, 加入10ml水, 1ml盐酸, 和10ml新配的硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色, 經10分鐘后不深于标准溶液所呈現之顏色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同容积内含有20ml的硝酸鈷溶液, (不含重金屬), 5ml 新配制的硫化氫水溶液, 及下列Cu量;

“化学純”样品.....0.1mgCu

“分析純”样品.....0.4mgCu

“純”样品.....1mgCu

注: 若有不含重金屬的硝酸鈷, 存在时, 則配制每一个标准溶液, 可取現有的样品 2g, 加1ml盐酸, 及相当量的含Cu溶液, 再加入水及10ml新配制的硫化氫水溶液。

11. 砷及砷土金屬(成硫酸盐)含量的測定

一)需用試劑及溶液:

不含二氧化碳(CO₂)的氨水, 按 ГОСТ 4517—48配制, 10%的溶液。

不含二氧化碳(CO)的硫化氫, 按ГОСТ 4517—48配制。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.11。

蒸餾水。

二)測定手續

于25ml溶液A中, 加入25ml水, 加热至沸, 加少量氨水至生沉淀再加 60ml 硫化氫水和水, 使容积为125ml, 經 3 小时后过滤, 滤出75ml的溶液。将滤液在水浴上蒸干, 在沙浴上灼烧以除去氨盐残渣用水(2—3ml)处理三次, 每次都蒸干, 然后将沉淀溶解于水中, 将溶液滤入秤过的皿内, 加入0.5ml硫酸, 蒸干, 并灼烧至恒重。

灼烧后残渣的重量, 不大于下列数值时, 則認為样品符合标准。

“化学純”样品.....3mg

“分析純”样品.....6mg

“純”样品.....15mg

IV. 包装及標誌

12. 样品之包装及標誌 ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为 1 或 6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4219—48
	試 剂	代替 OCT 10158—39
	亞 硝 酸 鈷 鈉	Л 5 1 組

亞硝酸鈷鈉为橙黄色粉末，易溶于水。

分子式： $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——412.99。

工. 技 术 条 件

1. 鈷(Co)含量須在13.5—14.5%之間。
2. 对鉀之灵敏度——应合于第6条試驗。
3. 容許杂质的最大含量，以%数計：

杂 质 名 称	“分 析 純”
(1) 水不溶物	0.05
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.02

II. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。
- 所取样品的总重不应少于0.2kg。

III. 測 定 方 法

5. 鈷(Co)含量的測定

一)需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4224—48，比重 1.11。

硫酸鈷，ГОСТ 3769—47。

亞硫酸鈉，ГОСТ 429—41。

氨水，ГОСТ 3760—47，25%的溶液。

绝对酒精。

蒸餾水。

二)測定手續

秤样品約1.2g，秤准至0.0002g，在蒸发皿內小心用水湿润，用表玻璃盖好，加5ml硫酸。在氮的氧化物停止放出后，溶液显出鈷盐之特殊顏色，随后置水浴与沙浴上蒸发至放出硫酸烟为止。在冷却后用水小心潤湿残渣，置帶网状电极的电解用烧杯內或电解用白金皿內。用水使溶液达50ml，加3g硫酸鈷，0.5g亞硫酸鈉，35ml氨水并注入水到125ml。将电解液經常搅拌，在40—50°C进行电解，电压3—5，电流2—3A，溶液顏色消失后，繼續通电再加入30—50ml水，繼續电解30分钟。如經此过程后阴极上新被潤湿部分并未生成大量的鈷

化学工业部提出

苏联标准委員會批准

实 施 日 期

1948年6月8日

1949年6月1日

时，則电解即認為終結。繼續通電用水洗電極，然後用酒精洗陰極，並迅速在烘箱內干燥至恒重。

鉍含量的百分數(X)按下式計算

$$X = \frac{G_1}{G} - 100,$$

式中：

G_1 ——陰極增重，以g計，

G ——樣品重量，以g計。

6. 对鉀灵敏度的測定

一)需用試劑及溶液：

氯化鈉，ГОСТ 4233—48，化學純品。

溶液A——稱5g樣品，稱准至0.01g，溶于25ml水內并過濾。

溶液B——將15g氯化鈉(不含鉀)溶于75ml水內并過濾。

含 K^+ 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二)測定手續

取四個50ml的錐形瓶，各注入15ml溶液B，其中除一個瓶子外，于第一瓶內放进0.05mgK，第二個瓶0.1mgK，第三個瓶0.2mgK。于所有四個瓶內各加入5ml溶液A并使靜置。如經24小時，除一瓶外，其餘瓶子發生黃色沉淀并可明顯看出沉淀量之差別，則認為樣品符合標準。

注：如沒有不含鉀的氯化鈉存在時，可用15g現有的氯化鈉溶解于75ml水中，加入25ml溶液A并使靜置。經過24小時，將所生沉淀過濾。于三個50ml之錐形瓶內各加20ml濾液并于第一瓶中放进0.05mgK，第二個瓶0.1mgK，第三個瓶0.2mgK。經24小時觀察所生沉淀。

7. 水不溶物的測定

稱取20g樣品，稱准至0.01g，溶于300ml水內。一小時後經玻璃或瓷的過濾坩堝濾過。用100ml蒸餾水洗沉淀并在105—110°C烘干恒重。

如干燥沉淀的重量不超过10mg，則認為樣品符合標準。

8. 硫酸盐(SO_4)含量的測定

一)需用試劑及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%的溶液。

蒸餾水。

二)測定手續

稱取10g樣品稱准至0.01g，溶于80ml水內。加入20ml盐酸(不含硫酸盐)并蒸干。將殘渣溶于100ml水內，加1ml硫酸使呈酸性，熱至沸騰，加5ml氯化銀溶液并使靜置。在18—20小時後所生沉淀經瓷的過濾坩堝濾過。用水洗沉淀至与 Cl^- 无反应時為止。干燥并灼燒至恒重。

如灼燒殘渣重量不超过5mg，則認為樣品符合標準。

注：如果没有不含硫酸盐之盐酸存在时，可进行校对試驗，并适当地修正其結果。

IV. 包装及标志

9. 样品之包装及标志按ГОСТ 4885—47进行之。包装形式为1或5。
-

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4462—48
	試 剂	代替 OCT 16416—40
	硫 酸 鈷	Л 5 1 組

硫酸鈷为带棕黄色的紅色結晶，易溶于水。

分子式： $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——281.12。

I. 技术条件

1. $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ 含量百分数，不小于：

“分析純”样品……………99.5

“純”样品……………98.5

2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.1
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.005
(3) 鉄(Fe)	0.005	0.01
(4) 鎳(Ni)	0.01	0.1
(5) 硫化氢組重金屬(Cu)	0.005	0.02
(6) 鋅	0.02	0.1
(7) 砷类及砷土族金屬(成硫酸盐)	0.1	0.5

注：如样品含鎳小于0.005%时，則其品級可加“无鎳”二字。

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品的总重不得少于0.4kg。

III. 测 定 方 法

4. $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ 含量測定

一)需用試剂及溶液：

硫酸鈷，ГОСТ 3769—47。

結晶亚硫酸鈉，ГОСТ 429—41。

氨水，ГОСТ 3760—47。

精餾乙醇，OCT HKIII 278。

蒸餾水。

二)測定手續

称取样品約3g，称准至0.0002g，在 250ml的量瓶內溶于水。加水至 250ml，混勻。將 50ml所得液移入200—250ml电解用烧杯中，加入3g硫酸鈷，0.5g 亚硫酸鈉，30ml氨水并加

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年11月9日	1949年6月1日

試 劑。 硫 酸 鈷

ГОСТ 4462—48

水到125ml。在电压5—6V，电流2—3A下搅拌进行电解，电解延續約2小时。液体脫色后，再过半小时，进行鈷的定性試驗(參看注)，如鈷已不存在，仍不切断电流，取去电解液杯，代以二个水杯。切断电流，将阴极用醇洗滌，在烘箱中在100—105°C干燥約5分钟，經在干燥器中冷却后秤量。阴極增重即等于鈷、鎳、鋅重量之和。

$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 含量百分数(X)按下式計算之：

$$X = \left[\frac{G_1}{G} \cdot 100 - (X_1 + X_2) \right] \cdot 4.7696,$$

其中：

G_1 ——阴极增重，以g計；

G——試样的重量，以g計；

X_1 ——試样含鋅量，以%計；

X_2 ——試样含鎳量，以%計；

4.7696——将鈷換算成 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 的換算系数。

注：鈷的定性試驗。向无灰厚濾紙上，滴以2N的硫酸溶液(ГОСТ4204—48)及所測液(用毛细管吸取)各一滴，亚硝基β萘酚溶液一滴，然后再加2N硫酸溶液一滴。如鈷不存在，濾紙上不呈棕色斑点。制备亚硝基β萘酚溶液，可将該样品1g溶于50ml冰醋酸(ГОСТ 61—40)中，用水冲至100ml。

5. 水不溶物含量測定

秤50g样品，秤准至0.01g，在烧杯中使溶于200ml蒸餾水中。用表面皿加盖烧杯后，在水浴上将溶液加温1小时。以玻璃或磁过滤漏斗过滤溶液。濾紙上残渣用100ml热蒸餾水洗淨。在105—110°C干燥至恒重。

干燥残渣的重量如不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

6. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

含Cl⁻溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

配制不含氯样品时，用如下之方法：取样品4g溶解于60ml水中，加4ml硝酸及4ml硝酸銀溶液。靜置16—18小时后滤过之。当配制每一标准溶液时，取該滤过液17ml。

二) 測定手續

秤取样品約1g秤准至0.01g，溶解于20ml水中。繼加硝酸1ml及硝酸銀溶液1ml。

若試液所呈現的乳色，經20分钟不深于标准溶液所呈現的乳色时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有17ml硫酸鈷溶液(不含氯化物)及下列Cl量：

“分析純”样品……………0.02mgCl

“純”样品……………0.05mgCl

注：1. 硝酸銀溶液需同时加入被比較的各溶液中。

ГОСТ 4462—48

試 劑。 硫 酸 鈷

2. 若有不含氯化物之硫酸鈷存在時，則配制標準溶液時，取樣品1g，加1ml硝酸及1ml硝酸銀，並加入適當量水與含氯化物之溶液。

7. 鐵(Fe)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸，ГОСТ 4461—48。比重1.4。

氯化銨(不含鐵)，按ГОСТ 4517—48配制。

氨水，ГОСТ 3760—47，25—27%與10%的溶液。

洗滌液——在100ml水中加5g氯化銨與5ml 25—27%的氨水。

硫酸，ГОСТ 4204—48，1N溶液。

磺醯水楊酸，ГОСТ 4478—48，10%的溶液。

含 Fe^{+++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取樣品2g，稱准至0.01g，溶解於50ml水中。繼加0.5ml硝酸，煮沸，加5g氯化銨及10%氨水至開始生成的沉淀溶解為止(約15ml)。放置1小時後，溶液用無灰濾紙濾過，濾紙上沉淀用洗液洗至紙上粉紅色消失為止。然後用20—30ml水洗滌之。洗過之沉淀用10ml硫酸在濾紙上溶解，濾紙用30ml水洗滌之。濾液及洗液併入100ml量液瓶中，加水至刻度。

由量液瓶取溶液25ml，注入磺醯水楊酸5ml，攪勻後，加10%氨15ml，再行攪勻並用水稀釋至65ml。

如試液所呈現的顏色不深於標準液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。標準液配法如下：45ml的溶液，其中含有2.5ml硫酸及下列 Fe 量：

“分析純”樣品……………0.025mg Fe

“純”樣品……………0.05mg Fe

於此溶液中加入磺醯水楊酸溶液5ml，攪勻後注入10%氨水15ml，再行攪勻。

8. 鎳(Ni)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

酒石酸，OCT HKTH 7404/558，10%溶液。

二乙醯二肼，OCT 4433，干燥品，10%溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47。

鹽酸，ГОСТ 3118—46，2N溶液。

溴，ГОСТ 4109—48，飽和水溶液(溴水)。

含鎳 Ni^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取樣品2g，稱准至0.01g，溶解於200ml水中。煮沸後加酒石酸10ml及1.8g干燥二乙醯二肼，徐徐滴加氨水至稍呈氨溴為止(約2ml)。

3小時後，用濾紙過濾沉澱之沉淀並用水洗至濾紙消失褐色為止。然後在濾紙上用20ml熱鹽酸溶解之，並用水洗滌濾紙5—6次。該鹽酸酸性溶液與洗液併入200ml量瓶內加水

試 劑。 硫 酸 鈷

ГОСТ 4462—48

至刻度。用吸液管由瓶中分別取10ml“不含鎳”及“分析純”的本样品之溶液或2ml“純”品溶液，加入5ml溴水，并加氨水至溶液脫色为止，加1ml二乙醯二肟溶液。

如試液所呈現之顏色經10分鐘不深于标准溶液，則認為样品符合标准。标准溶液配法如下：

于10ml水中加入1ml盐酸及如下之Ni量：

“不含鎳”样品……………0.005mgNi

“分析純”样品……………0.01mgNi

“純”样品……………0.02mgNi

于此溶液中加入溴水5ml，然后加氨水至脫色为止，加1ml二乙醯二肟溶液。

9. 硫化氢組重金属(Cu)含量之測定

一)需用試劑及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

硫化氢水溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

含Cu⁺溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

不含重金属样品之配制法：溶解样品8g于80ml水中，加4ml盐酸及20ml新配制之硫化氢水溶液。靜置16—18小时，滤过。每一标准溶液取該滤液26ml配成。

二)測定手續

称取样品2g，秤准至0.01g，溶解于25ml水中。繼加1ml盐酸及10ml新配制之硫化氢水溶液。

如試液所呈現之顏色經10分鐘不深于标准溶液所呈現之顏色时，則認為符合标准。标准溶液为同体积中含有20ml不含重金属之硫酸鈷溶液，5ml新配制之硫化氢水溶液及下列Cu量：

“分析純”样品……………0.1mgCu

“純”样品……………0.4mgCu

注：如有不含重金属之硫酸鈷存在时，則配制标准溶液时用該品2g加入1ml盐酸，适当量之水，含Cu⁺⁺溶液及10ml新配制之硫化氢水溶液。

10. 含鋅(Zn)量之測定

一)需用試劑及溶液：

氨水，ГОСТ 3760—47，10%溶液。

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

含Zn⁺⁺溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二)測定手續

称取样品1g秤准至0.01g，溶解于20ml水中，溶液內置小块石蕊試紙为指示剂用氨水中和。加醋酸使呈酸性，多加1ml，用水稀释至25ml，加10ml新配制之硫化氢水溶液，

如試液所呈現之顏色經1小时不深于标准液所呈現之顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液配法如下：

10ml水，其中含有：

“分析純”样品……………0.2mgZn，

“純”样品……………1mgZn，

于此溶液中以石蕊紙为指示剂，加氨水至呈硷性反应，加醋酸至呈酸性并再加 1ml 此酸，1g硫酸鋅(不含鋅)，用水稀释至25ml再加10ml新配制之硫化氫水。

注：1.如果没有不含Zn⁺⁺的硫酸鋅存在时，則以3g本样品溶于45ml水中，以石蕊紙为指示剂用氨水中和，加醋酸至呈酸性反应，再加3ml此酸，以水稀释至60ml，加15ml新配制之硫化氫水溶液并搅匀之。靜置 18—20小时，将清液傾出經滤紙过滤。取該滤液25ml，配制每一标准溶液时加入必需量的含Zn⁺⁺溶液，5ml新配制之硫化氫水溶液并用水稀释到35ml。

2.如样品中含有重金屬时，則于标准溶液中加入Cu⁺⁺溶液，其量相当于样品中被确認之重金屬含量。

11. 硷及硷土金属(硫酸盐)含量之測定

一)需用試剂及溶液：

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

不含碳酸(CO₂)之硫化氫，按ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

二)測定手續

称取样品5g，秤准至0.01g，溶解于50ml水中。加热至开始沸騰，加氨水数滴至发生沉淀为止，加60ml硫化氫溶液并用水稀释至125ml。放置 3 小时后滤出75ml溶液至磁蒸发皿内在水浴上蒸发并将残渣在砂盘上灼烧至氨盐排除尽为止。残渣用水处理三次(每次2—3ml)，每次加水后蒸发至干，然后用20ml水加热溶取其可溶物。将滤液滤入秤过之皿中，蒸发至干并将残渣小心灼烧至恒重。

如残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………3mg

“純”样品……………15mg

IV. 包装及标誌

12. 样品之包装及标誌按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为 1 或 6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4525—48
	試 剂	代替 OCT 10901—40
	氯化鈷	Л 5 1 組

氯化鈷为紅色或紅紫色結晶；溶于水及乙醚。

分子式： $\text{CoCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—237.95

工. 技 术 条 件

1. $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量百分数，不少于：

“分析純”样品……………99

“純”样品……………97

2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.01	0.03
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.02
(3) 鉄(Fe)	0.0005	0.002
(4) 硫化氫組重金属(Cu)	0.005	0.01
(5) 鋅(Zn)	0.02	0.06
(6) 鎳(Ni)	0.05	0.02
(7) 砷及砷土金属(成硫酸盐)	0.1	0.3

注：样品中含低于0.002%时，則其品級上可加以加“无鎳”二字。

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。取样的总重不得少于0.3kg。

III. 测 定 方 法

4. $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量之測定

一)需用試剂及溶液：

硫酸鈷，ГОСТ 3769—47。

結晶的亚硫酸鈉，ГОСТ 429—41。

氨水，ГОСТ 3760—47。

精溜乙醇，OCT НКПП 278。

蒸餾水。

二)測定手續

称取样品約3g秤准至0.0002g，放于250ml量液瓶內用水溶解之。加水至250ml并仔細混勻。将此溶液50ml移入电解烧杯中加3g硫酸鈷0.5g亚硫酸鈉及30ml氨水，用水稀釋至125

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年12月4日	1949年6月1日

ml。在电压为3—5伏特电流2—3A搅拌电解液进行电解。溶液脱色后，再經半小时，繼續通电流并以两个盛有水的烧杯輪流代替盛有电解液之烧杯电流，用乙醇洗滌阴极，在100°C干燥若干时间在干燥器中冷却后称量之。阴极之增重为鈷、鋁及鋅之总重量。

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量之百分数(X)按下式計算：

$$X = \left[\frac{G_1}{G} \cdot 100 - (X_1 - X_2) \right] \cdot 4.03715$$

式中：

G_1 ——阴极增重，以g計；

G ——本試剂之称样，以g計；

X_1 ——本試剂中之鋅含量的百分数；

X_2 ——本試剂中鋁含量之百分数；

4.03715——鈷重量換算成 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 重量的系数。

5. 水不溶物含量之測定

称取本試剂样品，25g，称准至0.01g在200ml烧杯中用水溶解之。将盖以表玻璃之烧杯中的溶液在水浴上加温1小时后用玻璃坩堝或磁过滤坩堝滤过溶液用100ml热蒸餾水洗滌滤紙上之沉淀在105—110°C干燥至恒重。

如干燥残渣的重量不超过下列数值时，則認为样品合格。

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………7.5mg

6. 硫酸盐(SO_4)含量之測定

一)需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化鋇，ГОСТ 4108—48，10%的溶液。

蒸餾水。

二)測定手續

称取本試剂10g称准至0.01g溶解于100ml水中。其中加入1ml盐酸并过滤之。煮沸滤液，加入氯化鋇溶液2ml，搅匀后靜置12—14小时。用磁过滤坩堝滤过沉淀用冷水洗滌，干燥并灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时，則認为样品符合标准：

“分析純”样品……………1.2mg

“純”样品……………4.8mg

注：如所用之盐酸含有 SO_4^{2-} 时，則將測定結果加以适当校正。

7. 鉄(Fe)含量之測定

一)需用試剂及溶液：

鋁鉍矾，ГОСТ 4338—48，分析純品。

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

氯化鋁(不含Fe)，按ГОСТ 4517—48配制。

氨水，ГОСТ 3760—47。

試 劑。 氯 化 鈷

ГОСТ 4525—48

硫酸, ГОСТ 4204—48, 4N的溶液。

硫氰酸, ГОСТ 3748—47, 4N的溶液。

异戊醇, ГОСТ 7670/662。

含高铁(Fe^{+++})溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

洗液——5g氯化鉄与5ml氨水溶解于100ml水中。

二)测定手續

称取样品2g, 称准至0.01g溶解于50ml水中。于溶液中加入鋁鉍矾0.05g及0.5ml硝酸, 煮沸后加入5g氯化鉍与氨水至开始生成之沉淀溶解为止。一小时后用无灰滤紙滤过溶液并用洗液洗滌至滤紙消失紅色为止, 然后再用热水洗滌 2—3 次。将洗过的沉淀在滤紙上用10ml硫酸溶解之, 用30ml水洗滌滤紙。将溶液及洗液收集于 100ml 带磨口塞的量筒内, 加10ml硫氰化鉍溶液, 20ml异戊醇并小心搖振之。

如試液之醇层所呈现之顏色不深于标准溶液之醇层所呈现之顏色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有同量硫酸, 异戊醇, 硫氰化鉍溶液及下列 Fe 量:

“分析純”样品……………0.01mg Fe

“純”样品……………0.04mg Fe

振蕩各量筒之內容物后进行比色。

8. 硫化氢組重金属(Cu)含量之測定

一)需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

硫化氢水溶液, 按ГОСТ 4517—48配制。

含高銅(Cu^{++})溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

不含重金属的本样品按下法配制之: 取8g样品溶解于80ml水中, 加4ml盐酸, 及20ml新配制之硫化氢水溶液。經過16—18小时后滤过溶液, 取26ml配制每个标准溶液。

二)测定手續

称取样品2g称准至0.01g溶解于25ml水中。加1ml盐酸及10ml新配制之硫化氢水溶液。

如試液所呈现之顏色10分钟后不深于标准溶液所呈现之顏色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有不含重金属氯化鈷溶液26ml, 5ml新配制硫化氢水溶液及下列 Cu 量:

“分析純”样品……………0.1mg Cu

“純”样品……………0.2mg Cu

注: 如果有不含重金属之氯化鉍存在时, 則配制每一标准溶液可取 2g 样品, 1ml盐酸, 适当量的水与含高銅(Cu)溶液和10ml新配制硫化氢水溶液。

9. 鋅(Zn)含量之測定

一)需用試剂及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%的溶液。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液, 按ГОСТ 4517—48配制。

含鋅(Zn^{++})溶液,按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二)測定手續

稱取樣品1g稱准至0.01g,溶解於20ml水中。以石蕊試紙為指示劑用氨水中和之。加入醋酸至呈酸性反應並繼加過剩0.5ml醋酸用水稀釋至25ml後,加入10ml新配制硫化氫水溶液。

如試液所呈現之乳色經1小時後不深於標準溶液所呈現之乳色時,則認為樣品符合標準。標準溶液按下法配制:以石蕊試紙為指示劑,用氨水中和含有1g氯化鋅(不含鋅)及如下鋅量的水20ml。

“分析純”樣品……………0.2mgZn

“純”樣品……………0.6mgZn

加醋酸至呈酸性反應並多加0.5ml醋酸用水稀釋至25ml,加10ml新配制硫化氫水溶液。

注:1.如果沒有不含 Zn^{++} 之氯化鋅存在時,則取3g樣品溶解於45ml水中,用氨水中和之(以石蕊試紙為指示劑)加醋酸至呈酸性反應再多加1.5ml,用水稀釋至60ml,加15ml新配制硫化氫溶液,攪勻之。過18—20小時後,傾瀉濾過溶液。配制每一標準溶液:取所用量的含鋅溶液先放於瓶中,然後以石蕊試紙為指示劑用氨水中和之。加醋酸至呈酸性反應繼加25ml用傾瀉法所得的濾液加水稀釋至30ml並加新配制的硫化氫水溶液5ml。

2.如樣品含有重金屬時,則於標準溶液內需加入含 Cu^{++} 溶液其量相當於所得重金屬量。

10. 鎳(Ni)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

酒石酸, OCT HKTH17 7404/558, 10%的溶液。

二甲基乙二醛肟(OCT 4433), 乾燥物並為1%的酒精溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 25—27%及10%的溶液。

鹽酸, ГОСТ 3118—46, 2N的溶液。

甲基紅, OCT HKTH17 2856, 0.2%的酒精溶液。

二氧化鉛, ГОСТ 4216—48。

含低(Ni^{++})的溶液,按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二)測定手續

稱取樣品2g稱准至0.01g溶解於200ml水中。加熱至沸,加入10ml酒石酸溶液1.8g乾燥二甲基乙二醛肟,及逐漸加入25—27%的氨水至呈微嗅為止。將溶液與沉淀靜置3小時後,濾出沉淀並用水洗至濾紙消失褐色為止。將濾紙上的沉淀用熱鹽酸溶解之。濾紙用熱水洗滌5—6次。將鹽酸溶液與洗液加水稀至100ml,於微加熱的溶液中加入2—3滴甲基紅並加10%的氨水至甲基紅變色為止。熱至沸騰並加3—5ml1%二甲基乙二醛肟溶液至不再生沉淀為止,注意使溶液成為黃色。將溶液同沉淀靜置14—16小時再將沉淀濾到玻璃或磁過濾坩堝上。濾紙上之沉淀用冷水洗滌至氯離子(Cl^{-})無反應為止(用硝酸銀試驗之)於120°C時乾燥至恆重。

若干燥後沉淀之重量不超過下列數值時,則認為樣品符合標準。

“分析純”樣品……………5mg

“純”樣品……………20mg

“无鎳”样品中定鎳比色法

将所配制的盐酸溶液(如上述)及洗液移入磁蒸发皿内在水浴上蒸干。残渣在沙盘上灼烧,冷却后用10ml水溶解之。于溶液中加入10ml 10%的氨水,約0.1g二氧化鉛,5ml二甲基乙二醛肟溶液并加水稀释至30ml热至开始沸騰并过滤之。同时收集滤液于50ml量筒内加洗液至标綫。

如果試液所呈现之顏色不深于标准溶液所呈现之顏色时,則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有一定量之氨水,二甲基乙二醛肟溶液二氧化鉛及0.04mg鎳(Ni)。

11. 砷及砷土金属含量之測定(硫酸盐)

一)需用試剂及溶液:

不含二氧化碳(CO_2)的氨液,按ГОСТ 4517—48配制,10%的溶液。

不含二氧化碳(CO_2)的硫化銨,按ГОСТ 4517—48配制。

硫酸,ГОСТ 4204—48,比重1.10。

蒸餾水。

二)測定手續

称取5g本样品,称准至0.01g溶解于50ml水中。热至开始沸騰,加数滴氨水至生成沉淀为止。注入60ml硫化銨并用水稀释至125ml。放置3小时后滤出75ml滤液,在水浴上蒸发滤液并在沙盘上灼烧至排除銨盐为止。将残渣用2—3ml水处理之,每次均蒸干,最后用水加热溶解之。将溶液滤入配衡之蒸发皿中,滤液中加0.5ml硫酸,蒸发并小心灼烧至恒量。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时,則認為样品符合标准;

“分析純”样品……………3mg

“純”样品:……………9mg

IV. 包装及标誌

12. 样品之包装及标誌按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为1或5。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4523—48
	試 剂	代 替 OCT HKTH 6278/263
	硫 酸 鎂	Л 5 1 組

硫酸鎂为白色結晶粉末，溶于水。

分子式： $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—246.50。

工. 技术条件

1. $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 的含量不小于99%。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.002	0.005
(3) 磷酸盐(PO_4)	0.001	0.002	0.005
(4) 鉄(Fe)	0.0005	0.001	0.002
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.001
(6) 鈣(Ca)	0.01	0.02	0.05
(7) 砷(As)	0.00005	0.0001	0.0002

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品的总重量不得少于0.4kg。

III. 測定方法

4. $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化鈹，ГОСТ 3773—47，10%的溶液。

磷酸氢二鈉，ГОСТ 4172—48“化学純”，10%的溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47 10%，2.5%的溶液。

硝酸，ГОСТ 4461—48。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41。

酚鈦，OCT HKTH 2857，10%的酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取本样品約0.5，称准至0.0002g，溶于100ml水中。于溶液中加入11ml盐酸，30ml氨

化学工业部提出

全苏标准委員會批准

实施日期

1948年12月4日

1949年6月1日

化鉍溶液, 30 ml 磷酸氫二鈉溶液和數滴酚鈦溶液使溶解。加熱至沸騰, 在不停攪拌下由滴管滴加10%的氨溶液已同時須注意應使生成之沉淀成結晶形。以後當液體變為淡紫色時加入氨溶液, 其量等於全液量的五分之一, 再將溶液靜置之, 五小時後將生成之沉淀過濾, 用2.5%的氨液洗滌至無氯離子反應為止(用硝酸銀試驗), 將沉淀烘乾并由濾紙上取出。在校准的磁坩堝中燃燒濾紙, 再將沉淀放入其中細心灼燒至恆重。如在灼燒時殘渣不呈白色, 則用數滴硝酸濕潤之, 在水浴上蒸發, 然後細心灼燒至恆重。

MgSO₄·7H₂O含量的百分數(X)按下式計算:

$$X = \frac{G_1 \cdot 2.21473}{G} \cdot 100 = \frac{221.473 \cdot G_1}{G},$$

式中:

G₁——灼燒殘渣的重量以g計;

G——樣品重量, 以g計;

2.21473——MgP₂O₄·7H₂O重量換算成MgSO₄·7H₂O重量之係數。

5. 水不溶物含量之測定

稱取本樣品50g, 稱准至0.01g, 溶于100ml蒸餾水中。將溶液在水浴上加熱一小時, 用玻璃的或瓷過濾坩堝過濾。將濾紙上之殘渣用熱蒸餾水洗滌, 然後在溫度105—110°C 烘乾至恆重。

如烘乾殘渣重量不超過下列數值時, 則認為樣品符合標準:

“化學純”樣品……………1mg

“分析純”樣品……………2.5mg

“純”樣品……………5mg

6. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N的溶液。

含氯離子的溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取本樣品2g稱准至0.01g, 溶于20ml水中。往溶液中加入1ml硝酸和1ml硝酸銀溶液。

如試液所呈現之乳色20分鐘後, 不深于標準溶液之乳色時, 則認為樣品符合標準; 標準溶液為同體積內含有同量硝酸, 硝酸銀及Cl量:

“化學純”樣品……………0.02mgCl

“分析純”樣品……………0.04mgCl

“純”樣品……………0.1mgCl

注: 同時將硝酸銀溶液加入試液與標準溶液中。

7. 磷酸鹽(PO₄)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

硫酸與硝酸的混合液, 按ГОСТ 4517—48配制。

鉬酸鉍溶液，按 ГОСТ 4517—48 配制。

含磷酸盐(PO_4^{3-})溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將样品 5g 稱准至 0.01g，溶于 15 ml 水中。于溶液中加 2ml 硫酸与硝酸混合液，10ml 鉬酸鉍溶液，在 50°C 加热半小时。

如試液中生成之沉淀不超过标准溶液生成的溶液时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有同量的硫酸硝酸混合液，鉬酸鉍溶液及下列 PO_4 量：

“化学純”样品……………0.05mg PO_4

“分析純”样品……………0.1mg PO_4

“純”样品……………0.25mg PO_4

8. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重 1.15。

硫酸，ГОСТ 4204—48，4N 的溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4N 的溶液。

异戊醇，OCT 7670/662。

含 Fe^{+++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將本样品 1g 稱准至 0.01g，溶于 30ml 水中。于溶液中加 0.5ml 硝酸；加热至沸騰，冷却，移入 50ml 之量筒(帶磨口塞)中，用 0.5ml 硫酸溶液使之酸化。于溶液中加 4ml 硫氰化鉍溶液，10ml 异戊醇并充分振蕩。

如試液之醇层所呈現的顏色不深于标准溶液之醇层所呈現的顏色时，則認為样品符合标准；标准溶液为同体积中含有同量之硝酸，硫酸，硫氰化鉍，异戊醇，及下列 Fe 量：

“化学純”样品……………0.005mg Fe

“分析純”样品……………0.01mg Fe

“純”样品……………0.02mg Fe

注：于振蕩量筒內含物之后再進行比色。

9. 硫化氫組重金屬(Pb)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

硫化氫水溶液，按 ГОСТ 4517—48 配制。

含 Pb^{++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將本样品 10g 稱准至 0.01g 溶于 20ml 水中。于溶液中加 0.5ml 醋酸和 10ml 新制备的硫化氫水溶液。

試 劑。 硫 酸 鎂

ГОСТ 4523—48

如試液所呈現之顏色10分鐘后不深于标准溶液所呈現的顏色時，則認為样品符合标准；标准溶液为同体积中含有同量的醋酸，新制备的硫化氢水溶液及下列Pb量：

“化学純”样品……………0.02mgPb

“分析純”样品……………0.05mgPb

“純”样品……………0.01mgPb

10. 鈣(Ca)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84，1:7的稀溶液。

95%之精餾酒精，OCT HKTH 278。

蒸餾水。

含Ca⁺⁺溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

將2g样品稱准至0.01g溶于25ml硫酸中。于溶液中加入50ml酒精。

如試液生成之沉淀經18小時后不多于标准溶液生成的沉淀時，則認為样品符合标准：标准溶液为同体积中含有同量之硫酸，酒精，2g硫酸鎂(不含Ca)及下列之Ca量：

“化学純”样品……………0.2mgCa

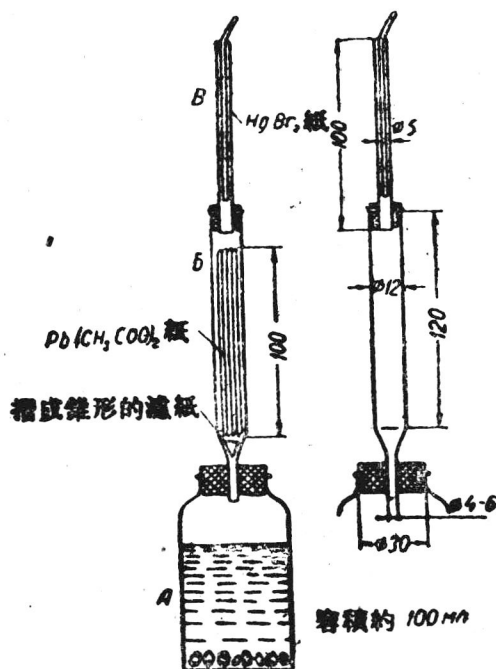
“分析純”样品……………0.4mgCa

“純”样品……………1mgCa

11. 砷(As)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84，1:7的稀溶液。



二氯化錫，ГОСТ 36—40，10%的溶液。

金屬鋅(不含砷)，ГОСТ 989—41。

含As溶液，按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

溴化汞試紙，按 ГОСТ 4517—48制备。

醋酸鉛試紙，按 ГОСТ 4517—48制备。

二) 測定手續

將样品4g秤准至0.01g放入測砷儀器A瓶中(參看圖)，

並加入80ml硫酸。將醋酸鉛試紙折成小條直放于B管中。放溴化汞試紙于B管中。然後于A瓶中加入2滴二氯化錫溶液和6g金屬鋅。速將A瓶塞上，並置于暗處。

如溴化汞試紙因受試液作用之反應所呈現之顏色經過1—1.5小時後，不深于在同樣條件下溴化汞試紙因受標準溶液作用之反應所呈現的顏色時，則認為样品符合標準，標準溶液為同體積中含有同量之硫酸，金屬鋅，二氯化錫及下列As量：

“化學純”样品……………0.002mgAs

“分析純”样品……………0.004mgAs

“純”样品……………0.008mgAs

IV. 包裝及標志

12. 样品之包裝及標志按 ГОСТ 3885—47進行之。包裝形式為1或6。

苏联部長會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4209—48	
	試 剂	代替	$\frac{OCT}{HKTH} \quad \frac{7377}{531}$
	氯 化 鎂	Л 5 1組	

氯化鎂为白色結晶，在空气中潮解，溶于水。

分子式： $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—203.33。

工. 技术条件

1. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.003	0.005	0.01
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.01	0.02
(3) 磷(Ba)	0.002	0.002	0.005
(4) 鈣(Ca)	0.05	0.05	0.1
(5) 鉍酸盐(PO_4)	0.0005	0.001	0.002
(6) 鉄(Fe)	0.0002	0.0005	0.001
(7) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.001
(8) 砷(As)	0.00005	0.0001	0.0002
(9) 鉍盐 NH_4 —	0.005	0.01	0.02
(10) 乙醇(90%)不溶物	应当符合第 13 条之試驗		

工. 取 样

2. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得少于0.5kg。

III. 測定方法

3. $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 含量之測定

一) 需用试剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化鉍，ГОСТ 3773—47，10%的溶液。

磷酸氢二鈉，ГОСТ 4172—48，化学純品，10%的溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液和25%的溶液。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41。

硝酸，ГОСТ 4461—48。

酚酞，OCT HKTH 2857，1%的酒精溶液。

蒸餾水。

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实施日期
	1948年6月8日	1949年6月1日

二) 測定手續:

称取样品約0.5g秤准至0.0002g溶于100ml水中。于溶液中加入11ml 盐酸, 30ml 氯化銨溶液, 30ml 磷酸氢二鈉溶液和数滴酚酞溶液。加热至沸騰, 在不停的搖动下用滴管滴加 10% 的氨水同时須注意应使生成之沉淀成結晶形。以后当液体之顏色变成淡粉紅色时加入氨水, 其量相当于全液量的五分之一, 靜置五小时。过滤沉淀, 用2.5% 的氨水洗滌沉淀至无 Cl^- 作用为止(用硝酸銀試驗), 将沉淀烘干并由滤紙中取出在配衡的磁坩堝中烧尽滤紙, 再将沉淀放入, 細心灼烧至恒重。如在灼烧时残渣不变成白色, 則用数滴硝酸湿润之, 放在水浴上蒸发, 以后将沉淀灼烧至恒重。

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量百分数(X)可按下列式計算:

$$X = \frac{G_1 \cdot 1.8268 \cdot 100}{G} = \frac{182.68 \cdot G_1}{G},$$

式中:

G_1 ——灼烧沉淀的重量, 以g計;

G——本样品重量, 以g計;

1.8268—— $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 重量換算成 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 重量之系数。

4. 水不溶物含量之測定

称取本样品50g秤准至0.01g溶于100ml 蒸餾水。溶液在水浴上加热一小时, 用玻璃或磁过滤坩堝过滤。用热蒸餾水洗滌滤紙上的残渣, 然后在105—110°C 烘干至恒重。

如烘干残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1.5mg

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

注: 将滤液同第一次的洗液用蒸餾水稀至200ml, 并保留以备以后测定之用——溶液A。

5. 硫酸盐(SO_4)之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10% 的溶液。

含 SO_4^- 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

蒸餾水。

不含 SO_4^- 的样品, 40g 样品秤准至0.01g溶于180ml 水中, 于溶液中加入2ml 盐酸10ml 氯化銀溶液, 經18—20小时后过滤。取48ml 制备标准溶液。

二) 測定手續

称取本样品10g秤准至0.01g 溶于50ml 水中。过滤, 用0.5ml 盐酸使滤液成酸性, 再加2.5ml 氯化銀溶液。

如試液所呈现之混色經一小时不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為本样品符合标准。标准溶液为同体积内含48ml 不含 SO_4^- 的氯化鎂溶液及下列 SO_4 量:

“化学純”样品……………0.5mg SO_4

“分析純”样品……………1mg SO_4

試 劑。 氯 化 鎂

ГОСТ 4209—48

“純”样品……………2mgSO₄

注：如有不含SO₄²⁻之氯化鎂存在时，則每一标准溶液可取10g样品，0.5ml盐酸，2.5ml氯化鋇溶液以及相当量的水及含SO₄²⁻溶液。

6. 鋇(Ba)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，10%的溶液。

含Ba⁺⁺溶液，按ГОСТ 4212—48制备。

蒸餾水。

不含Ba⁺⁺之样品，取15g样品，秤准至0.01g溶于45ml水中，用6ml硫酸溶液使成酸性靜置18—20小时后，过滤每一标准溶液取用17ml滤液。

二) 測定手續

于20ml溶液A中(參看第4条注)加入2ml硫酸溶液。

如試液中所生成之沉淀經一小时不超过标准溶液所生成之沉淀时，則認為样品符合标准；标准溶液为同容积中含有17ml氯化鎂溶液(不含Ba⁺⁺)及下列Ba量：

“化学純”样品……………0.1mgBa

“分析純”样品……………0.1mgBa

“純”样品……………0.25mgBa

7. 鈣(Ca)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

氯化鋇，ГОСТ-3773—48，“化学純”品。

草酸鋇，OCT 2758，5%的溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

蒸餾水。

含Ca⁺⁺溶液按ГОСТ 4212—48配制；

不含Ca⁺⁺之样品将0.3g样品溶于123ml水加3g氯化鋇加热至沸騰，加15ml氨水和15ml草酸鋇溶液。靜置18小时后过滤，取51ml滤液配成标准溶液。

二) 測定手續

于4ml溶液A中(參看第4条注)加入1g氯化鋇和46ml水。过滤溶液，加热滤液至沸。使溶液离开火焰后加入5mg草酸鋇溶液，5ml氨水，搅拌后靜置18小时。

如对“化学純”和“分析純”的样品不生沉淀时，則認為样品符合标准。

而对“純”品的本試劑來說溶液中所生成之沉淀不超过标准溶液所生成的沉淀时，便認為符合标准。标准溶液为同体积內含有51ml氯化鎂溶液(不含Ca⁺⁺)及1mgCa。

8. 磷酸盐(PO₄)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15和比重1.4。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

硫酸与硝酸混合液，按ГОСТ 4517—48配制。

鉬酸鋇溶液，按ГОСТ 4517—48制备。

含 PO_4^{3-} 的溶液 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取20ml溶液A(參看第4条注)放于瓷皿中加15ml硝酸(比重1.15)于水浴上蒸发至赶走游离之硝酸为止。于残余物中两次加入10ml水及10ml的同样硝酸,每次均在水浴上蒸发。第二次蒸发后之残渣溶于15ml水中;将溶液过滤于滤液中加2ml硫酸与硝酸混合液10ml鉬酸鉍溶液在50°C加热30分钟。

如試液中所生成之沉淀不超过标准溶液所生之沉淀时,則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含2ml硝酸硫酸混合液10ml鉬酸鉍溶液及下列 PO_4 量:

“化学純”样品……………0.025mg PO_4

“分析純”样品……………0.05mg PO_4

“純”样品……………0.1mg PO_4

9. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.4。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 4N的溶液。

硫氰化鉍, ГОСТ 3768—47, 4N溶液。

异戊醇, OCT HKTH 7670/662。

含 Fe^{+++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取溶液A 12ml(參看第4条, 注)以0.5ml硝酸使成酸性, 加热至沸, 移入50ml的量筒中(帶磨口塞)繼加0.25ml硫酸溶液4ml硫氰化鉍溶液10ml异戊醇, 用水稀至50ml并搅匀之。

如試液的醇层所呈现之顏色不深于标准溶液醇层所呈现之顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有同量硝酸与硫酸, 硫氰化鉍, 异戊醇及下列 Fe 量:

“化学純”样品……………0.006mgFe

“分析純”样品……………0.015mgFe

“純”样品……………0.03mgFe

注: 搖匀試液与标准溶液进行比较顏色之强度。

10. 硫化氢組重金属(Pb)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

含 Pb^{++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于40mlA溶液中(參看第4条注)加入0.5ml醋酸和10ml新配制之硫化氢水溶液。

如所呈现之顏色試液經10分钟后不深于标准溶液之顏色时, 則認為样品符合标准。标准

溶液为同体积中含有同量之醋酸，新配制之硫化氢水溶液及下列Pb量：

“化学純”样品……………0.02mgPb

“分析純”样品……………0.05mgPb

“純”样品……………0.1mgPb

11. 砷(As)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84 1:7的稀溶液。

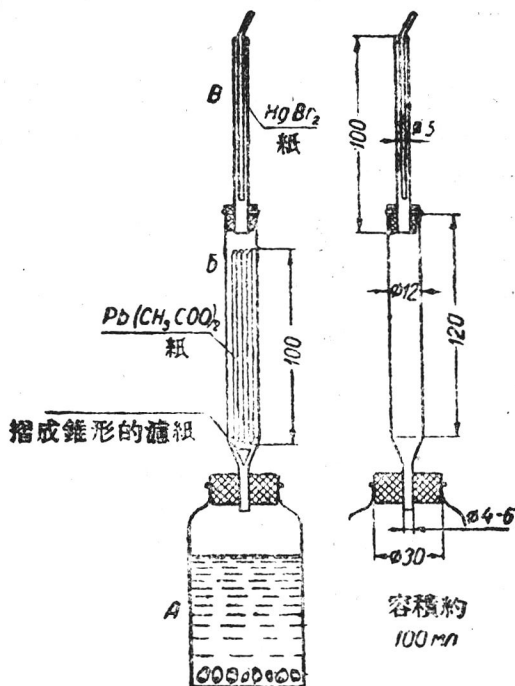
二氯化錫，ГОСТ 36—40，10%的溶液。

金属鋅(不含砷)，ГОСТ 989—41。

醋酸鉛試紙，按 ГОСТ 4817—48制备。

溴化汞試紙，按 ГОСТ 4517—48制备。

含As溶液，按 ГОСТ 4212—48配制。



蒸餾水。

二) 測定手續

称取本样品4g称准至0.01g置于测砷代器之A皿中(参看图)溶于80ml稀硫酸中。

将醋酸鉛試紙折成小条直放入B管中。放溴化汞試紙于B管中，然后再于A皿中加二滴二氯化錫溶液和6g金属鋅速将皿盖上置于暗处。

如溴化汞試紙因受試液作用之反应所呈现之顏色經 1—1.5 小时后不深于以同样試紙在同样条件下因受标准溶液作用之反应所现之顏色时，則認為样品符合标准；标准溶液为同体积中含有同量之稀硫酸，二氯化錫溶液，金属鋅及下列As量：

“化学純”样品……………0.002mgAs

“分析純”样品……………0.004mgAs

“純”样品……………0.008mgAs

12. 銨(NH₄)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

氫氧化鈉, ГОСТ 4328—48, 40%的溶液。

納氏試劑, 按 ГОСТ 4517—48配制。

含NH₄⁺溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于120ml之燒瓶中注入 70ml 水, 5ml 氫氧化鈉溶液, 連以冷凝器并蒸餾出約 15ml 的液体。

瓶中液体冷却后, 加入1g样品(称准至0.01g)再进行蒸餾收集流出液于 50ml 量筒中(带磨口塞)其中預先注有水 25ml, 收集 25ml 的流液, 停止蒸餾于量筒加 1ml 納氏試劑并搖勻之。

如試液之蒸餾液所呈现之顏色不深于标准溶液者, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同容积中含1mg納氏試劑及下列NH₄量:

“化学純”样品……………0.05mgNH₄

“分析純”样品……………0.1mgNH₄

“純”样品……………0.2mgNH₄

13. 乙醇不溶物含量之測定

称取本样品5g称准至0.01g溶于50ml90%的乙醇中(ОСТ НКПП 278)。

如溶液为透明液体时, 則認為样品合于“化学純”和“分析純”。对“純”品, 允許稍有混浊。

注: 1. 符合此試驗之样品所含之氯化鉀或氫化鈉不得少于1%。

2. 90%酒精之配制: 于100ml96%的乙醇中加入7.7ml的水。

IV. 包装及标志

14. 样品之包装及标志 按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为 1 或 6。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 435—41
	試 剂	代 替 OCT 1668
	硫 酸 錳	Л 5 1 組

Ⅰ. 定 义

1. 本样品为錳的低硫酸盐。

化学式： $MnSO_4 \cdot nH_2O$ 无水盐的分子量（根据1940年国际原子量）为150.99； $\log-2.17895$ 。

Ⅱ. 分 类

2. 本样品依其 $MnSO_4$ 含量及容許杂质质量之不同分为“分析純”及“純”兩級。

Ⅲ. 技 术 条 件

3. 本样品为淡粉色結晶，可溶于水而不溶于酒精。

4. 无水的本样品中 $MnSO_4$ 之含量“分析純”品不得小于99%，“純”品不得小于98%。

5. 本样品于去水时之減重“分析純”及“純”品均不得超过39%。

6. 本样品所含杂质之百分数必須符合于下列要求：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物，不超过	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl^-)，不超过	0.002	0.005
(3) 鋅(Zn)，不超过	0.02	0.05
(4) 被硫化氢沉淀的重金属不超过	0.0002	0.001
(5) 鉄(Fe)，不超过	0.0005	0.0015
(6) 砒及砷土金属(成硫酸盐)不超过	0.5	1.0
(7) 可还原 $KMnO_4$ 之物质	本品須符合于第10条8項試驗	

Ⅳ. 驗 收 規 則

7. 所提交样品逐瓶做外观检查。从提交試剂瓶的总数中选取5—10%（如总数少时亦不得少于兩瓶）以制备平均样品。从选出之每瓶中按比例数取样并放在清洁干燥的磨口瓶中。

将平均样品(重量不小于0.4kg)仔細混合，分作两份放在清洁干燥的两个磨口瓶中。将瓶封閉，每瓶貼以标签注明：出品厂名称，試剂名称，品級，批号，取样地点及日期。

将一瓶轉交实验室作分析，另一瓶保存三个月以备仲裁分析之用。

仲裁分析之实验室根据双方之協議决定。

Ⅴ. 实 驗 方 法

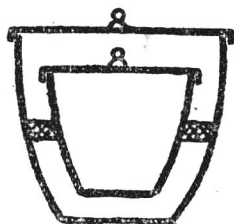
8. 水含量之測定

称取約0.7g之試驗剂，准确至0.0002g放入已知重量之瓷坩堝中，于110—120°C的烘箱

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年3月28日	实 施 日 期 1941年5月15日
-------------------	-------------------------	-----------------------

中烘干約 2—3 小时。然后用石棉环置于另一較大的瓷坩堝內(见图)。

每坩堝均用盖盖好, 将外层坩堝加热, 起初輕烧随后較强最后灼烧至恒重。按損失之重量計算含水百分数。



9. $MnSO_4$ 含量之測定

将灼烧的残渣(參看第 8 条)溶解于水。将溶液放在 500ml 量瓶中, 加水使其体积至标綫并将 50ml 之所得溶液移至 250ml 的錐形瓶中, 其中加入 30ml 溶液 A (见下面), 5ml 0.1N 的硝酸銀溶液及 10ml 溶液 B。

将瓶內含物加热并煮沸 1 分钟; 然后速将瓶浸于在冰与水之大型皿中, 回轉移动使瓶中含物冷却。

此后, 勿将瓶移离冰水加入 5ml 0.2N 的氯化鈉溶液, 并立即以溶液 B 滴定。当溶液呈现淡粉色时将溶液 B 滴入并在加入每滴后繼續攪拌約 5 秒钟。当带有混浊的氯化銀沉淀的溶液轉变为淡的黃白色时終止滴定。

1ml 溶液 B 相当于 0.0015099g $MnSO_4$; $\log -3.17895$ 。

溶液及指示剂:

溶液 A (混合酸的水溶液)。于 107ml 水中加入 18ml 硫酸(比重 1.84), 冷却, 加入 50ml 硝酸(比重 1.4), 25ml 85% 的磷酸, 再将此混合物攪拌。

溶液 B (过硫酸銨水溶液)。以 30ml 水溶解 25g $(NH_4)_2S_2O_8$ 。此溶液在制备后三日内可以应用。

溶液 B (0.05N 的亚砷酸鈉与亚硝酸鈉的混合物之溶液)。以 25ml 4N 的氢氧化鈉溶液 1.3g 的三氧化砷, 用水使溶液稀释至 200ml, 以中性紅为指示剂, 硫酸(比重 1.11) 中和, 再加重碳酸鈉飽和的溶液至不生碳酸为止。于所得溶液中再加同样的重碳酸鈉溶液 10ml, 0.85g $NaNO_2$ 并用水稀释至 1l。

As_2O_3 及 $NaNO_2$ 的秤样取准至 0.01g。

为将此种溶液算回到恰为 0.05N, 其改正因数可照下法求出: 于 250ml 錐形瓶中加入 10ml 0.1N 高錳酸鉀溶液, 25ml 水, 30ml 溶液 A, 5ml 0.1N 硝酸銀溶液及 10ml 溶液 B。将瓶中溶液加热煮沸 1 分钟, 速冷至室温, 加 5ml 0.2N 的氯化鈉溶液并立刻与滴定被試液同时, 以配成的 0.05 溶液 B 滴定之。溶液 B 之較正因数(K)可按式計算出:

$$K = \frac{10 \cdot 2 \cdot K_1}{a},$$

式中:

a——滴定时所耗混合液的 ml 数;

K_1 ——0.1N 的 $KMnO_4$ 溶液之改正因数。

指示剂。以 20ml 0.01N 的盐酸溶液中溶解 0.1g 中性紅并以水稀释至 200ml。将滤紙(最好是无灰滤紙条)浸于所得溶液中数秒钟, 用水洗滌滤紙, 然后再浸于 0.01N 的氢氧化鈉溶液中。当紙色由深紅色变为橙黄色后将滤紙由氢氧化鈉溶液中取出, 用流水洗滌 10—15 分钟, 然后干燥之。

干燥的滤紙为粉紅色。

在硷性介質中試紙变为黄色，在酸性中变为深紅色(在强酸性中变为蓝色)。

10. 杂质含量之测定

测定杂质含量之样品須称准至0.01g。

(一) 不溶于水的物质。在250ml烧杯中放50g试剂，加热使溶于100ml水中。用玻璃杯盖好放在沸水浴中保持一小时；然后用玻璃坩埚式过滤器(№3或№4)或用多孔底瓷坩埚式过滤器(A₁或A₂)过滤，将沉淀用100ml水洗滌并在105—110°C烘干至恒重。

全部残渣不应超过下列数量：

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5.0mg

(二) 氯化物。在50ml錐形瓶內溶解样品1g于40ml水中，如果需要，可将溶液用經热水洗滌三次之滤紙过滤，加2ml硝酸(比重1.15)使呈酸性并加1ml 0.1N的硝酸銀溶液。所呈现之乳色經20分钟后不应深于标准溶液。标准溶液为于40ml水中含有2ml同样之硝酸，1ml 0.1N的硝酸銀溶液及如下之含Cl量：

“分析純”样品……………0.02mgCl

“純”样品……………0.05mgCl

注：在制备Cl⁻根之标准溶液时，可将1.649g經微热的化学純品氯化物溶于水，将所得溶液以水稀釋至1l——溶液A。

使5ml溶液A加水稀釋至250ml——溶液B。

1ml溶液B含0.02mgCl⁻。

(三) 鋅。在錐形瓶內将1g样品溶于20ml水中，于溶液中加入2ml醋酸(比重1.04)，0.5g氯化銨及10ml新制硫化氢溶液。

所呈现之乳色經10分钟后不应深于标准溶液。标准溶液为在10ml水中含有与試液中相等量之醋酸，氯化銨，硫化氢溶液及如下含鋅量：

“分析純”样品……………0.2mgZn

“純”样品……………0.5mgZn

注：鋅标准液之制备。将4.398g新重結晶的“化学純”或“分析純”而用以分析之ZnSO₄·7H₂O溶于水，加水稀釋至1l——溶液A；2ml溶液A以水稀釋至100ml——溶液B。

1ml溶液B含有0.2mg鋅。

(四) 被硫化氢沉淀的重金属。在錐形瓶內将10g样品溶于30ml水中，加0.5ml冰醋酸使成酸性，加水至40ml，再加10ml新制的硫化氢水溶液。在向地上观察所呈之深色，經十分钟不应深于标准溶液。标准溶液为同体积中含有0.5ml冰醋酸，10ml硫化氢水溶液，10g硫酸錳(不含重金属的)，鋅(所加之量为按照“第三項”所测定算出相当于10g样品之量)，以及如下之含Pb量：

“分析純”样品……………0.02mgPb

“純”样品……………0.1mgPb

注：1. 标准Pb溶液之制备：溶解1.831g新重結晶的化学純或分析純的Pb(CH₃COO)₂·3H₂O于加1ml冰醋酸使呈酸性的水中，并加水稀釋至1l——溶液A。

将10ml溶液A加水稀釋至500ml——溶液B。

1ml溶液B含有0.02mgPb。

溶液B只能在配制之当日应用。

2. 当没有不含重金属的硫酸锰存在时, Pb的标准溶液以下法配制: 在250ml的錐形瓶內將50g样品溶于120ml水中, 加2.5ml冰醋酸使之酸化。加水稀释至150ml加热至80°C, 再加25ml新配制之硫化氢水溶液, 然后将液体靜置一昼夜至完全清亮, 然后由上层清液中用虹吸管取出35ml并过滤之。于錐形瓶的滤液中加1ml醋酸鉛溶液B(对“分析純”样品)或加5ml該液(对“純”样品), 錳的标准溶液A(加入量为按照“第三項”試驗測定之量算出之相当于10g样品之量), 再加5ml新制硫化氢水溶液, 然后将溶液体积加水稀释至50ml。

(五) 鐵。在100ml烧杯內將1g样品溶于50ml水中。加入0.5ml硝酸(比重1.15), 加热至沸, 冷却, 移至100ml带磨口塞之量筒中。然后于溶液中加入0.5ml4N的硫酸8ml4N的硫氰鉍溶液, 15ml异戊醇; 将溶液体积加水稀释至100ml并振蕩之。醇层所呈现之色与标准溶液醇层所呈现之顏色比較, 标准液为同体积水中含同量之硫酸和硝酸, 硫氰化鉍与异戊醇以及含有Fe量;

“分析純”样品……………0.005mgFe

“純”样品……………0.015mgFe

試液与标准液均在量筒中振蕩后进行比色。

注: Fe标准溶液之制备: 將8.635g化学純的鐵鉍矾溶于用25ml硫酸(比重1.11)酸化的水中, 加水至1l——溶液A。

加水將10ml溶液A稀释至1l——溶液B。

1ml溶液B含有0.01mgFe。溶液B仅能于配制之当日使用。

(六) 砷及砷土金属(硫酸盐)。在250ml的錐形瓶中, 將5g样品溶于100ml水中, 使溶液加热至沸并加25ml由氨配制不含碳酸的硫化鉍溶液(比重0.926)硫化錳应成綠色沉淀析出; 若析出之沉淀有粉紅色則須在水浴上将瓶加热直至粉紅色轉变为綠色为止。然后将液体靜置至完全澄清, 在此以后从上层清液中用虹吸管取出75ml溶液經密的重折的滤紙过滤。加10ml盐酸(比重1.19)酸化滤液, 移至銷皿中, 在水浴上蒸发至干, 残渣于烘箱中烘干然后再灼烧之, 并在沙浴上灼热再放直接火上热至氨盐除尽为止。將灼烧之残渣以热水处理三次(每次2—3ml)每次均在水浴上蒸发至干, 然后将砷及砷土金属盐在水浴上, 以20ml水加热抽取之, 滤入已秤重量的小銷皿或碘皿中, 蒸发并将残渣灼烧至恒重。

残渣重量应不得超过:

“分析純”样品……………15.0mg

“純”样品……………30.0mg

注: 硫化氢之制备: 往1l烧瓶中加入約500ml浓氨溶液及約10g新配制的消石灰。烧瓶上接以冷凝器, 冷凝器上连接装滿勃石灰的小管。在經常攪拌下將液体保持二日并时常搖动。

在此后, 將烧杯放在水浴中, 使冷凝器稍向上斜立, 使其连接受瓶, 其中放有新煮沸冷却的不含CO₂的水。將氨蒸餾至接受瓶中至氨液之比重达到0.926为止。取出100ml此氨液, 于其中小心通入硫化氢5—7分鐘。經5—7分鐘后, 每2—3分鐘即以5%的氯化錳溶液試驗其是否呈現混濁。当呈現微浮濁时則每經1分鐘进行試驗。当小心注入5ml硫化氢溶液于5ml氯化錳溶液后两液接触处混濁环之发生不早于2—3分鐘时即停止通入硫化氢。

(七) 还原物KMnO₄。將15g样品溶于200ml蒸餾水中。往溶液中加入3ml硫酸(比重1.84)及3ml磷酸(比重1.7)以及:

“分析純”样品……………0.1NKMnO₄溶液0.10ml,

“純”样品……………0.1NKMnO₄溶液0.15ml,

粉紅色应保持 1 分钟。

使試液之顏色与所得溶液顏色比較，同量样品而此溶液为混合，酸和不含 $KMnO_4$ 之水所得之者。

注：用以試驗水的磷酸及硫酸須用过錳酸盐預行試驗确定其对于該試驗之可靠度。

IV. 包 装 及 标 志

11. 本样品装于带有好磨口玻璃塞或木塞之玻璃瓶中。木塞下护以油紙；上面复以弹性胶膜或封以石蜡，然后包以油紙。

淨重由 0.1kg 到 1kg 包装重量間隔为 50g。

12. 每瓶均应有标签注明：出品厂名称，試剂名称，品級，制造日期，淨重，批号，分析項目，檢驗者签名及“ГОСТ 435—41”。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	固 定 全 苏 标 准	ГОСТ 612—41
	試 剂 氯化錳—— $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ 分子量 197.51; $\log - 2.29647$ (根据1940年国际原子量)	代替OCT—1667
		Л 5 1 組

I. 分 类

1. 依 $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ 的含量及容許杂质的含量，将本样品分为“分析純”及“純”二品級。

II. 技 术 条 件

2. 本样品应为浅粉紅色結晶，有吸水性可溶于水及酒精。
3. $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ 之含量名为“分析純”，样品不小于99%。
“純”样品不小于98%。
4. 容許杂质的最大含量，以%計：

容 許 杂 质	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 硫酸盐(SO_4^{2-})	0.005	0.02
(3) 鋅(Zn)	0.02	0.05
(4) 硫化氢組重金属	0.0005	0.001
(5) 鐵(Fe)	0.0002	0.001
(6) 硷金属与鈣(或硫酸盐)	0.2	0.5
(7) 鋇(Ba)	0.005	0.01
(8) 氧化及还原的物质	本品应合格于第8条(八)之試驗	

III. 驗 收 規 則

5. 每批分別取样。
6. 每瓶須經外观检查。为了取得平均样品，自每批3—10%的瓶中取样。但小批时不得少于两瓶。由每瓶中比例取样，放入洁淨干燥磨口的玻璃瓶中，并将所得平均样品，仔細混勻之。

取样的总重不得少于0.5Kg。

将平均样品分为两部分，分別放于两个洁淨干燥的带有精細磨口塞的玻璃瓶中。

每瓶貼以标签，并注明：出品厂名称，試样名称，品級，“分析純”或“純”制造日期，批号，取样地点及日期等。

将每瓶瓶口加封，一瓶交出品厂分析，另一瓶自取样日起，在厂保存三个月，以备仲裁分析用。

仲裁分析之實驗室，由双方協議决定之。

IV. 实 驗 方 法

7. $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ 含量之測定

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年4月26日	实 施 日 期 1941年6月15日
-------------------	-------------------------	-----------------------

試 劑。 氯 化 錳

ГОСТ 612—41

在磁坩堝中秤样品約1.6g, 秤准至0.0002g, 加5ml硫酸(比重1:11), 并将溶液在水浴上尽可能蒸发之(約2—3小时)。然后将坩堝連内含物用石棉圈套于另一大型磁坩堝內(參閱第一圖)先开盖灼烧至停止放出硫酸烟, 然后将两坩堝均加盖繼續灼烧至恒重。为精确地求出硫酸錳之重量, 当由上述操作所得内容物重量减下去下述兩項重量:(一)在測定 $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ 之含量的秤样中之砷金属; 如鎂, 鈣等硫酸盐之重量(按照第8条(六)款試驗)(二)同量秤样中所测出之鋅, 銀量換算成硫酸鋅及硫酸銀重量(參照第8条第(三)及(七)兩款)。



$MnSO_4$ 重量对 $MoCl_2 \cdot 4H_2O$ 重量的換算系数为1.31075; \log —0.11752。

8. 杂质含量之測定: 为測定杂质之含量时, 将本試剂的秤样秤准至0.01g。

(一) 水不溶物:

加热溶解50g样品于盛有100ml水的烧杯中, 用表玻璃将杯盖上, 在沸騰水浴上保持一小时, 然后用玻璃过滤坩堝(№3或№4)或瓷过滤坩堝(A_1 型至 A_2 型)滤过之。将滤紙上的残渣, 用100ml热水洗滌之。在105—110°C烘干至恒重, 残渣重量, 应不超过。

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5.0mg

(二) 硫酸盐(SO_4^{2-})。取10g本样品放在100ml烧杯中以50ml水溶解之, 将溶液过滤, 加0.5ml盐酸(比重1.12)于所得滤液中, 使呈酸性, 在冷时加2.5ml10%的氯化銀溶液。所呈现的混浊經一小时后, 应不强于标准溶液的混浊。标准溶液为同体积中含有0.5ml的同浓度盐酸, 2.5ml10%的氯化銀溶液, 10g氯化錳(不含硫酸盐)及下列 SO_4 量:

“分析純”样品……………0.5mg SO_4

“純”样品……………2.0mg SO_4

注: 1. 配制 SO_4 标准溶液: 取1.479g在100°C干燥之化学純无水硫酸鈉, 溶解于水中, 并用水稀釋至1l——溶液A。1ml溶液A含1mg SO_4 。

2. 如不含 SO_4 的氯化錳时, 可按下法配制其溶液: 将50g本样品溶解于水中, 用水将所得溶液稀釋至210ml, 加2.5ml盐酸(比重1.12)使呈酸性, 煮沸后加12.5ml10%的氯化銀溶液于其中。

澄清15—20小时后, 用虹吸将澄清液与沉淀分开, 并过滤之。45ml該滤液相当于10g氯化錳, 配制标准溶液, 加入需要量的 SO_4 标准溶液A(毫升数)于45ml該滤液中, 加水至使溶液体积与試液体积相等为止。

(三) 鋅(Zn)。取1g本样品, 放60ml的錐形瓶中, 用20ml水溶解之。于溶液中加入2ml醋酸(比重1.04), 0.5g氯化銨及10ml新配制的硫化氫水, 所呈现的乳色10分钟后不应深于标准溶液的乳色。标准溶液为在同体积中含有2ml同浓度醋酸(比重1.04), 0.5g氯化銨, 1g氯化錳(不含鋅), 10ml新配制的硫化氫水, 及下列鋅量:

“分析純”样品……………0.2mgZn

“純”样品……………0.5mgZn

注: 1. 配制标准鋅溶液, 将4.398g再結晶化学純的 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ 溶于水, 并用水稀釋至1l——溶液A。1ml溶液A含鋅1mg。

将20ml溶液A加水稀釋至100ml——溶液B。

2. 如不含鋅的氯化錳时, 則如下法配制之: 取5g本試剂, 溶解于水中, 并用水將該溶液稀釋至90ml, 然后加10ml醋酸(比重1.04)使呈酸性, 繼加2.5g氯化錳, 2.5ml新配制的硫化氫水, 將所得溶液靜置一昼夜,

然后将澄清液用虹法通过滤紙，使之与沉淀分离；2. 5ml 該溶液相当于 1g 氯化錳。为了制标准溶液，加 25ml 需要量的标准鋅溶液B(ml数)于25ml 滤液中，5ml 新配制的硫化氫水，然后加水至使溶液体积与試液体积相等为止。

(四) 硫化氫組沉淀的重金属。溶解本样品 10g 于盛有 30ml 水的約 100ml 錐形瓶中，加 0.5ml 冰醋酸，使呈酸性，用水稀释至 40ml。然后加 10ml 新配制之硫化氫水，試液所呈现的顏色，可用张白紙做背景观察之，十分鐘后，不应深于标准溶液的顏色。标准溶液为在与試液同体积中，含有 0.5ml 同浓度的冰醋酸，10ml 新配制之硫化氫水，10g 不含硫化氫組重金属之氯化錳及相当于 10g 样品含鋅量(根据上述試驗所得出的——见“三”項)及下列 Pb 量：

“分析純”样品……………0.05mg Pb

“純”样品……………0.1 mg Pb

注：1. 标准鋅溶液的配制：用水溶解 1.831g 新重結晶化学純的醋酸鋅($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$)加 1ml 冰醋酸使呈酸性，并用水稀释至 1l——溶液A。

将 10ml 溶液A 用水稀释至 200ml——溶液B。

1ml 溶液B 含 0.05mg Pb。溶液B 仅在配制之当天使用。

2. 若无不含硫化氫族重金属之氯化錳，則如下法配制之：将 50g 試剂样品溶解于 120ml 水中，加 2.5 ml 冰醋酸，使呈酸性；用水稀释至 150ml；然后将溶液加热至 80°C，并加入 25ml 新配制的硫化氫水，将所得溶液放置 24 小时，然后将澄清液用虹吸法通过滤紙，使之与沉淀分离。35ml 該滤液相当于 10g 氯化錳。

标准溶液的配制：加需要量的标准鋅溶液B(毫升数)于錐形瓶中(“分析純”，样品 1ml 或“純”样品 2ml)然后再加入需要量的标准鋅溶液A(用量根据第三項測定之含量換算成 10g 試剂中之含量)将 35ml 上述滤液及 5ml 新配制的硫化氫水，用水稀释至 50ml。

(五) 鉄(Fe)。取 1g 样品放入約 100ml 烧杯中，用 50ml 水溶解之。加 0.5ml 硝酸(比重 1.4)煮沸后冷却之。然后将溶液移入 100ml 带磨口塞的量筒內，加 0.5ml 4N 的硫酸溶液 8ml，4N 的硫氰化鉍溶液及 16ml 异戊醇，用水稀释至 80ml，将量筒內含物搖盪并比較試液与标准溶液醇层所呈现之顏色。标准溶液为同体积中含有同量之硫酸，硝酸，硫氰化鉍，异戊醇及下列 Fe 量：

“分析純”样品……………0.002mg Fe

“純”样品……………0.01mg Fe

于搖盪量筒內含物后，进行比色。

注：为了配制标准鉄溶液，将 8.635g“化学純”之鉄簇矾溶解于水中，加 25ml 硫酸(比重 1.11)使呈酸性，用水稀释至 1l——溶液A。

将 2ml 溶液A 用水稀释至 1l——溶液B。

1ml 溶液B 含有 0.002mg 鉄，溶液B 仅在配制之当日使用之。

(六) 硷金属錳及鈣(硫酸盐)在 150ml 錐形瓶內，将 5g 本試剂溶解于 100ml 水中，將該溶液加热至沸，再加 25ml 不含二氧化碳之硫化鉍溶液(以比重 0.926 之氨水配制者)硫化錳当为綠色沉淀，若生成之沉淀为粉紅色，則溶液当在沸騰水浴上热到粉紅色沉淀完全变綠为止。使沉淀沉降，然后将澄清液用虹吸法通过折迭之干燥密致的滤紙，使之与沉淀分离。将 75ml 該滤液(相当于 3g 本試剂)放入蒸发皿中(最好为白金皿)加 10ml 盐酸(比重 1.19)使呈酸性，再加 5 滴硫酸(比重 1.11)在水浴上蒸干。然后将蒸发皿內含物先在沙浴上小心焙热，然后在直接火上灼烧到鉍盐赶尽为止。将灼烧后残渣加少量水(約 3ml)在水浴上蒸干，連續操作三次，然后加热溶解于水中，将溶液滤入秤过之白金或石英皿內，將該滤液在水浴上蒸干，并

試 劑。 氯 化 鋁

ГОСТ 612—41

將殘渣灼燒至恒重。殘渣之重量不得超過：

“分析純”樣品……………6.0mg

“純”樣品……………15.0mg

注：1. 不含二氧化碳之氨水按下法配制：于1l燒瓶內加500ml濃氨水并小心加入約10g新制备之消石灰。將燒瓶連接冷凝器，末端連接裝滿苏打石灰之小管。

將溶液放置24小時，并時時搖動。然後將含有氨水的燒瓶移置水浴上，使冷凝器之一端稍向上（見第2條）將冷凝器与安全瓶（空的）連接，其末端與一含有300—400ml新煮沸不含二氧化碳之冷水之接收器（燒瓶）連接，然後開始蒸餾，為獲得濃度較大之氨水，將接收瓶用冷水冷卻，將接收瓶內的水，繼續以氨飽和到所得氨水比重達0.926為止。

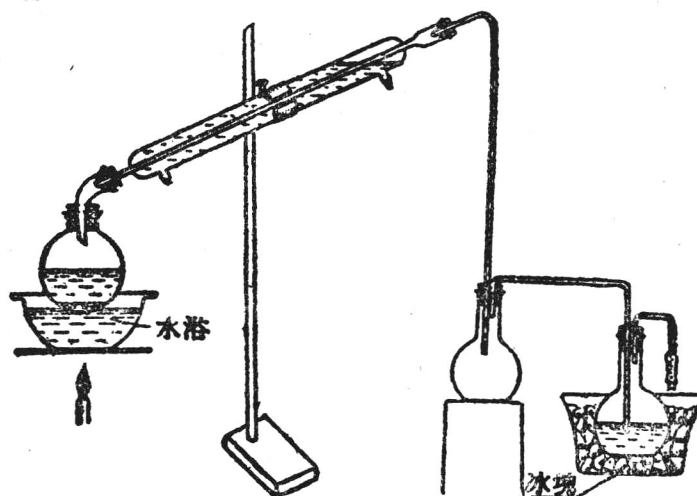
2. 硫化鋁溶液的配制：取100ml不含二氧化碳之氨水（比重0.926）并以均勻速度導入硫化氫5—7分鐘，此時每經2—3分鐘用5%的氯化鎂溶液試驗試液有無沉淀發生，如果當硫化鋁溶液加于氯化鎂溶液中呈現甚微弱的乳濁時，那麼也要繼續通入硫化氫，過1分鐘後取試液試驗。

硫化鋁配制後，小心的加5ml硫化鋁溶液于5ml氯化鎂溶液中，最初并無混濁現象，經2—3分鐘後，在兩溶液接面處僅出現環狀之混濁。

（七）鋇(Ba)含量之測定。在200ml的燒杯內溶解20g樣品于100ml水中，加入1ml鹽酸（比重1.12）并將溶液過濾。將所得濾液加熱至沸，加入2ml硫酸（比重1.11）并在室溫下靜置約18小時。

然後將溶液用秤過的磁過濾坩堝（A₁型或A₂型）過濾。將濾紙上的沉淀用冷水洗至不呈氯(Cl)離子反應，干燥後灼燒至恒重。

灼燒後之沉淀重量應不超過：



“分析純”樣品……………1.7mg

“純”樣品……………3.4mg

BaSO₄對Ba的重量換算總數等于0.5885；log—1.76975。

注：若無磁制過濾坩堝時，可用№4“Дружная, Горка”玻璃過濾坩堝代之。濾出并經洗滌之沉淀，在150°C烘干至恒重。

（八）氯化及還元物之測定：本樣品內含氯化物時，將1g溶解于40ml水中，加5ml硫酸

(比重1.11)使呈酸性，并加1ml 2%的不含碘酸的碘化鉀液(見注)及1ml新配制之0.5%淀粉溶液作为指示剂；在3分鐘后試液不当呈现蓝色。

如試液已經氧化物試驗合格时，則加入1滴0.1N的碘液(試驗本試剂之还原物)溶液呈现之紫色应保持不變。

注：不含碘酸之2%碘化鉀溶液如下配制：在第“3”款試驗之先，直接溶解0.5g碘化鉀于24ml水中，加入1ml 硫酸(比重1.11)將溶液靜置約10分鐘，随后以淀粉为指示剂，小心地往此溶液中加0.01N的硫代硫酸鈉溶液至溶液退色为止。

V. 包装及标志

(九) 本样品装于有精密玻璃磨口塞或軟木塞之玻璃瓶中軟木塞从下面用油紙保护之，玻璃塞或木塞上面护以弹性胶膜或石蜡及油紙等。

淨重应在0.1kg到5kg之間，1kg重量以內の間隔为50g 1kg以上者为100g。

每瓶应貼以标签注明：出品厂名称，試剂名称，品級(“分析純”或“純”)，出品時間，样品重量，批号，分析項目，檢驗查簽証，以及“ГОСТ 612—41”。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4163—48
	試 剂	代替 OCT 539
	硝 酸 銅	Л 5 1 組

硝酸銅为蓝色結晶体。

分子式： $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——241.60。

工. 技术条件

1. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 含量的%不得小于:

“化学純”样品……………99.5%

“分析純”样品……………99%

“純”样品……………99%

2. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.002	0.005
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.01	0.05
(4) 鉄(Fe)	0.001	0.005	0.02
(5) 硫化氢不沉淀的金属盐	0.05	0.1	0.2

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品的总重不得少于0.3kg。

III. 測 定 的 方 法

4. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定。

一) 需用試剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.10。

碘化鉀, ГОСТ 4232—48, “化学純”。

硫代硫酸鈉, ГОСТ 4215—48, 0.1N的溶液。

淀粉0.5%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取本試剂样品約 1g 称准至0.0002g, 溶于盛有5ml 水的磁皿內。加入3ml 硫酸, 先在水浴上蒸发至干, 再置于沙浴上蒸发, 至硫酸不再发干为止。将残渣溶于50ml 水中, 加5ml 硫酸和不含碘酸盐的碘化鉀2g, 用硫代硫酸鈉溶液滴定所析出的碘, 于滴定快到終点时再加淀

化学工业部提出

全苏标准委员会批准

实施日期

1948年5月6日

1949年6月1日

粉液。

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 含量的%数, (X)按下式計算:

$$X = \frac{v \cdot 0.024163 \cdot 100}{G} = \frac{2.4163 \cdot v}{G},$$

v——滴定时所消耗恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液之体积, 以ml計;

G——样品重量, 以g計;

0.024163——相当于1ml, 恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液的 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 数量, 以g計。

注: 如碘化鉀中含有碘酸盐, 对其結果应加以适当的校正。

5. 水不溶物含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品50g, 称准至0.01g, 加热溶解于含有0.5ml硝酸之100ml之水中。在沸水浴上加熱1小时, 經玻璃过滤坩埚过滤, 用150ml热水洗残渣, 在105—110°C烘干至恒重。

如残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1mg

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

6. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N之溶液。

含有 Cl^- 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

用以下的方法配制不含 Cl^- 的样品。

取40g样品, 溶于100ml水中, 加40ml硝酸和20ml硝酸銀溶液, 并加水使至500ml, 加热至50°C, 靜置12小时。

为配制每分标准溶液, 可由沉淀上部虹吸25ml清液, 相当于2g硝酸銅。

二) 測定手續

称取样品2g, 称准至0.01g, 溶于40ml水中, 加2ml硝酸和1ml硝酸銀溶液。

如試液所呈现之乳色10分钟后不深于标准溶液所呈现之乳色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同容积內含有25ml不含氯离子 $[\text{Cl}^-]$ 的硝酸銅溶液。及下列Cl量:

“化学純”样品……………0.02mgCl

“分析純”样品……………0.04mgCl

“純”样品……………0.1mgCl

注: 1. 將硝酸銀溶液同时倒入試液及标准溶液中。

2. 如果没有不含 Cl^- 的硝酸銅存在时, 則取样品2g, 2ml硝酸, 1ml硝酸銀溶液, 相当量的水, 相当量

試 劑。 硝 酸 銅

ГОСТ 4163—48

含 Cl^- 的溶液以配制标准溶液。

7. 硫酸盐(SO_4)含量的测定

一) 需用试剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19及1.12。

醋酸, ГОСТ 61—40, 30%的溶液。

氯化银, ГОСТ 4108—48, 10%的溶液。

蒸馏水。

二) 测定手續

称取样品10g, 称准至0.01g, 溶于25ml水中。加不含 SO_4^{2-} 的盐酸(比重1.19)7ml, 置于水浴上蒸干。以同样的酸2ml润湿残渣, 再蒸干。将残渣溶于100ml水中, 加不含 SO_4^{2-} 的盐酸1ml(比重1.12), 或1ml醋酸加热至沸再加氯化银溶液5ml使溶液静置18—20小时。将析出的沉淀用磁坩埚过滤, 洗涤, 于 $105^\circ\text{—}110^\circ\text{C}$ 烘干, 灼烧至恒重。

如残渣的重量不超过下列数值时, 则認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1.2mg

“分析純”样品……………2.4mg

“純”样品……………12 mg

注: 如盐酸中含有 SO_4^{2-} 则于結果中应加以适当校正。

8. 鉄(Fe)含量的测定

一) 需用试剂及溶液:

氯化铵, 不含鉄(Fe), 按 ГОСТ 4517—48配制。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%及25%的溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 4N的溶液。

磺酞水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10%的溶液。

含鉄(Fe^{+++})的溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸馏水。

二) 测定手續

称取1g样品, 称准至0.01g, 溶于25ml水中。加3g氯化铵, 加热至沸, 并加入10%的氨水, 至所析出的沉淀溶解为止。保持溶液于沸水浴上1小时, 然后經无灰滤紙过滤。用100ml水中含有5g氯化铵及25%的氨液5ml液体洗涤滤紙, 至滤紙无蓝色, 然后用热水洗至无 Cl^- 反应为止。将滤紙上洗过的沉淀, 溶于5ml硫酸溶液中, 用20ml水洗滤紙。于所得的溶液中加入5ml磺酞水杨酸溶液, 搅拌之, 加10%的氨液8.5ml再搅拌之。

如試液所呈之顏色不比下法所制的溶液顏色深时, 則認為样品符合标准。

于25ml含有5ml硫酸的溶液及下列Fe量之溶液中:

“化学純”样品……………0.01mgFe

“分析純”样品……………0.05mgFe

“純”样品……………0.2 mgFe

加5ml磺酞水杨酸溶液搅拌之, 加10%的氨液8.5ml再搅拌之。

9. 硫化氢不沉淀的金属盐类含量的测定

一) 需用試劑及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.10。

硫化氫。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取样品10, 稱准至0.01g, 溶于145 ml水中。加5ml硫酸使成酸性, 加热至70—80°C, 用硫化氫沉淀使金属沉淀完全为止。由已經沉淀完的溶液中很快的經一折迭濾紙濾出75 ml液体, 为防止硫化銅氧化, 在过滤時間內濾紙上要充滿液体, 以免銅穿过滤紙而入于滤液中。

滤液先置于水浴上蒸发, 然后再置于沙浴上蒸到沒有硫酸烟放出为止, 残渣用直接火焰灼烧5分钟, 再稱其重量。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………2.5mg

“分析純”样品……………5mg

“純”样品……………10mg

IV. 包裝及标志.

10. 样品之包裝及标志按 ГОСТ 3885—47进行之。包裝形式1或6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4222—48
	試 剂	代替 OCT BKC 5463
	氯化銨銅	Л 5 1 組

氯化銨銅是藍綠色結晶体，溶于水。

分子式： $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{NH}_4 \cdot \text{Cl} + 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—277.48。

Ⅰ. 技 术 条 件

1. 容許杂質的最大含量，以%計：

杂 質 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 游离酸(HCl)	0.05	0.05
(3) 硫酸鹽(SO_4)	0.005	0.01
(4) 砷金屬及砷土金屬(硫酸鹽)	0.1	0.25
(5) 鐵(Fe)	0.005	0.01

Ⅱ. 取 样

2. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得少于0.3kg。

Ⅲ. 测 定 方 法

3. 水不溶物含量的测定

称取50g样品于烧杯中，称准至0.01g加热溶于250ml蒸馏水中。用表面玻璃盖好烧杯，置于沸水鍋上蒸汽中加热1小时，并經玻璃过滤坩埚过滤。用热水洗滌滤紙上的沉淀，在105—110°烘干至恒量。

如烘干残渣的重量，不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

4. 游离酸(HCl)含量的测定

一) 需用試剂及溶液：

氢氧化鈉 ГОСТ 4328—48 0.1N溶液。

甲基橙0.1%的溶液。

二) 測定手續

称取4g样品，称准至0.01g溶于100ml水中，加4滴甲基橙，并将溶液分成两份。

在有紫色呈现时，将溶液的1部分加苛性鈉溶液，至顏色認变为土綠色，另1部分溶液作比較之用。

化学工业部提出	全苏标准委員會批准 1948年6月8日	实 施 日 期 1949年6月1日
---------	------------------------	----------------------

如所消耗恰为 1 N 之氢氧化鈉溶液不超过下列数值时，則認為样品符合标准。

“分析純”及“純”样品 0.3ml

5. 硫酸盐(SO₄)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.12。

氯化鉍, ГОСТ 4108—48, 10% 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取 10g 样品, 称准至 0.01g, 溶于 100ml 水中。过滤, 溶液中加入 1ml 盐酸使成酸性, 加热至沸, 加 5ml 氯化鉍溶液, 靜置 12—20 小时。析出的沉淀, 用磁过滤坩埚过滤, 用冷水洗至洗水对 Cl⁻ 无反应发生为止, 干燥之, 灼烧至恒量。

为灼烧残渣的重量不超过下列数值时, 則認為本試剂合格。

“分析純”样品 1.2mg

“純”样品 2.4mg

6. 砷金属及砷土金属含量的測定(硫酸盐)

一) 需用試剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重 1.84。

硫化氢。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取 5g 样品称准至 0.01g, 溶于 195ml 水中。加 5ml 硫酸使溶液成酸性加热到 70—80°C, 通硫化氢到銅的沉淀完全为止。靜置 2—3 小时以后, 经过折迭滤紙滤出 120ml 液体, 在过滤時間內滤紙上要充滿滤液。所得的滤液, 先在水浴上蒸发, 然后在沙盘上蒸发, 并于直接火上烧至无硫酸烟放出为止。残渣用 2—3ml 水处理 3 次, 每次蒸发到干, 然后在加热下水抽取, 滤入已称重的鉍皿中, 洗滌滤紙, 将滤液蒸发至干, 火灼烧至恒重。

如烧过残渣的重量不超过下列数值时, 認為样品符合标准:

“分析純”样品 3mg

“純”样品 7.5mg

7. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

氯化鉍, 不含 Fe, 按 ГОСТ 4517—48 配制。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10% 的及 25% 的溶液。

硫酸, ГОСТ 4207—48, 4N 溶液。

磺醢水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10% 的溶液。

硝酸鉍, ГОСТ 4461—48, 比重 1.4。

蒸餾水。

含鉄 Fe⁺⁺⁺ 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

試 剂。 氯 化 鉍 銅

ГОСТ 4222—48

称取1g样品，称准至0.01g，溶于30ml水中，加1ml硝酸使成酸性，并加热至沸。于溶液中加入3g氯化鉍，加热至沸并加氨液(10%)至析出的沉淀溶解。溶液置沸水鍋上一小时經无灰滤紙过滤，用100ml水中含有5g氯化鉍和25%的氨液5ml的液体洗沉淀，至滤紙上没有顏色为止，然后再用热水洗到无 Cl^- 反应，将滤紙上洗过的沉淀溶于5ml硫酸溶液中，用20ml水洗滤紙。

于所得的溶液中，加磺酞水杨酸溶液5ml，搅拌之，加10%的氨液8.5ml，再搅拌之。如試液所呈现之顏色，不比用下法所配制的溶液顏色深时，則認為样品符合标准。

于25ml含有5ml硫酸溶液及下列Fe量之溶液中：

“分析純”样品……………0.05mgFe

“純”样品……………0.1mgFe

再加5ml磺酞水杨酸溶液搅拌之，加10%的氨液8.5ml再搅拌之。

IV. 包装及标志

8. 样品之包装及标志，按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为1或5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4164—48
	試 剂	代替 OCT BKC 5013
	氯化亞銅	Л 5 1 組

氯化亞銅是灰白色，或淡灰綠色粉末，不溶于水。

分子式： $CuCl$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——99.00。

工. 技术条件

1. $CuCl$ 含量的%，不得少于：

“分析純”样品……………95

“純”样品……………90

2. 容許雜質的含量，以%計：

雜 質 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 酸不溶物	0.01	0.03
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.2	0.4
(3) 砷金属及砷土金属(硫酸盐)	0.15	0.3
(4) 鐵(Fe)	0.002	0.005
(5) 砷(As)	0.001	0.005

II. 取 样

3. 取样按照 ГОСТ 3885—47进行之。

所取样的总重不得少于0.2kg。

III. 測定方法

4. $CuCl$ 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

鐵鉍矾，ГОСТ 4205—48，“化学純”。

盐酸，ГОСТ 3118—46，1:1的稀酸。

高錳酸鉀，ГОСТ 4527—48，0.1溶液。

列茵葛尔得的混合液，按 ГОСТ 4517—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取0.5g样品，称准至0.0002g，溶于25ml含有2.5g鐵鉍矾的冷盐酸中。加入8 ml列茵葛尔得混合剂，用水稀释到200ml，并用高錳酸鉀溶液滴定之。

$CuCl$ 含量的百分数(X_1)按下式計算：

化学工业部提出	全苏标准委員會批准 1948年5月6日	实施日期 1949年6月1日
---------	------------------------	-------------------

試 剂。 氯 化 亚 铜

ГОСТ 4164—48

$$X_1 = \frac{V \cdot 0.0099 \cdot 100}{G} = \frac{0.99 \cdot V}{G},$$

式中:

V——滴定时所消耗恰为0.1N高锰酸钾溶液之体积,以ml計;

G——样品的重量,以g計;

0.0099——相当于1ml,恰为0.1N之过锰酸钾溶液的CuCl数量,以g計。

注:試驗鉄鈷矾溶液及列茵葛尔得混合液与高锰酸钾比例关系于必要条件下,当滴定时可以校正。

5. 酸不溶物含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸,ГОСТ 3118—46,比重1.19;

硝酸,ГОСТ 4461—48,比重1.4。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品25g,称准至0.01g,加热溶解于含有100ml盐酸及50ml水的150ml溶液中。加10ml硝酸,并加热至沸。放冷3—5分钟以后,于溶液中加入50ml水于沸騰水浴上,加热1小时,过滤,滤液与第一次的洗液一并移于250ml量瓶中,加水使体积达250ml,保存之作为以下的測定。

(參看第6及第7条)。

用水洗滤紙上的残渣,在105—110°烘干至恒重。

如残渣的重量不超过下列数值时,則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………7.5mg

6. 硫酸盐(SO₄)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸,ГОСТ 3118—46,比重1.12。

氯化鋇,ГОСТ 4108—48,10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取20ml由5条所得的溶液,置于水浴上蒸干。残渣溶于100ml水中,加1ml盐酸使成酸性,加热至沸,加5ml氯化鋇溶液,靜置18—20小时。将析出的沉淀用磁过滤坩埚过滤,并用水洗至无Cl⁻反应为止,干燥灼烧至恒重。

如烧过残渣的重量不超过下列数值时,則認為样品符合标准。

“分析純”样品……………9.6mg

“純”样品……………19.2mg

7. 砷金属及砷土金属含量的測定(硫酸盐)

一) 需用試剂及溶液:

硫酸,ГОСТ 4204—48,比重1.84及1.11。

硫化氢。

蒸餾水。

二) 測定手續

由第5條所得的溶液取50ml，加2.5ml硫酸(比重1.84)先置于水浴上蒸干，再于沙浴上蒸至有硫酸烟發出為止。將此所得的殘渣溶于200ml水中，以5ml硫酸(1.11)使成酸性，加熱至70—80°C，并通入硫化氫，至金屬完全沉淀，在液體澄清2—3小時以後，速經無灰濾紙過濾，在過濾時間內濾紙上充滿液體。取100ml濾液，先在水浴上蒸發，再于沙浴上蒸干，然後將殘渣于火焰上小心灼燒至不再有硫酸烟發出。將殘渣以2—3ml水處理三次，每次均蒸干，以後加熱用水抽取鹽類，過濾，濾液收集于已稱重之蒸發皿內，蒸發至干，小心灼燒至恒重。

如燒過殘渣的重量不超過下列數值時，認為樣品符合標準。

“分析純”樣品……………3.75mg

“純”樣品……………7.5mg

8. 鐵(Fe)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，4 N的溶液。

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%及25%的溶液。

磺醯水楊酸，ГОСТ 4478—48，10%的溶液。

氯化銨，不含鐵，按ГОСТ 4517—48配制。

含Fe⁺⁺⁺的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取1g樣品，稱准至0.01g，加20ml水，加熱至沸。從火上取下燒瓶，將3ml硝酸小心緩加于溶液中，將溶液加熱至沸。于沸液中，加入20ml水，3g氯化銨，再加熱到沸，并加入10%的氨液，同時攪拌之，至析出的沉淀溶解為止(約30ml)。將溶液置沸水鍋上1小時，然後，經無灰濾紙過濾。用100ml水中含有5g氯化銨及25%的氨水5ml的液體洗濾紙，洗至濾紙上藍色消失為止，再用熱水洗之，洗至對Cl⁻沒有反應。用5ml硫酸溶液溶解濾紙上洗過的沉淀，并用20ml水洗濾紙。于所得的溶液中加入磺醯水楊酸5ml，攪拌之，加10%的氨水8.5ml再攪拌之。

如試液所呈現的顏色，不比用下法所配制的溶液顏色深時，則認為樣品符合標準。

于25ml含有5ml硫酸溶液及下列Fe量之溶液中：

“分析純”樣品……………0.02mgFe

“純”樣品……………0.05mgFe

再加磺醯水楊酸溶液5ml，攪拌之，加10%的氨液8.5ml再攪拌之。

9. 砷(As)含量的測定。

一) 需用試劑及溶液：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

氫氧化鈉，ГОСТ 4328—48，40%的溶液。

試 剂。 氯 化 亞 銅

ГОСТ 4164—48

碳酸氢鈉, ГОСТ 4201—48。

金属碘, ГОСТ 4159—48, 0.01N溶液。

酚酞, OCT HKTH 2857, 1%的溶液。

蒸餾水。

淀粉, 5%的溶液。

二) 測定手續

称取 25g 样品, 称准至 0.01g, 溶于 100ml 盐酸中, 在带有支管和冷却器的烧瓶中, 进行蒸餾。同时收集蒸餾液于盛有 50ml 水容量为 500ml 的錐形瓶中并用水冷却。在蒸出 75ml 液体以后, 由瓶塞上插入的漏斗中滴加 50ml 盐酸并繼續蒸餾, 直到瓶中所剩的液体約 25ml 为止。将錐形瓶中的液体冷却用氢氧化鈉中和, 加少量酚酞作为指示剂, 然后于溶液中加入盐酸至呈微酸性加 2g 碳酸氢鈉, 并以碘液滴定之, 于近終点时加入淀粉液。

砷含量百分数(X_2)按下式計算之:

$$X_2 = \frac{v \cdot 0.000375 \cdot 100}{G} = \frac{0.0375 \cdot v}{G},$$

v——滴定时所消耗恰为 0.01N 碘液之 ml 数;

G——样品重量, 以 g 計;

0.000375——相当于 1ml, 恰为碘液的 As 量, 以 g 計;

注: 当所用的盐酸有 As 存在时应进行校对試驗, 适当的校正之。

IV. 包装及标志

10. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式 1 或 5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4165—48
	試 剂	代替 OCT 10538—39
	硫 酸 銅	Л 5 1 組

硫酸銅为大小不同的蓝色結晶，溶于水。

分子式： $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—249.69。

工. 技 术 条 件

1. $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量的%，不得少于：

“化学純”样品……………99

“分析純”样品……………99

“純”样品……………98

2. 容許杂质的最大含量，以計%：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.002	0.005
(3) 鉄(Fe)	0.001	0.01	0.03
(4) 硫化氢不沉淀的金属盐类	0.05	0.1	0.2

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

所取試样的总重，不得少于0.5kg。

III. 测 定 方 法

4. $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

碘化鉀，ГОСТ 4232—48，化学純品。

硫代硫酸鈉，ГОСТ 4215—48，0.1N的溶液。

0.5%的淀粉液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取約1g样品，称准至0.0002g，溶于50ml水中，加5ml硫酸，2g碘化鉀(不含碘酸盐)，用0.1N溶液的硫代硫酸鈉滴定析出的碘，至滴定近終点时，加入淀粉液。

$CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量的百分数(X)，按下式計算：

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年5月6日	1949年6月1日

$$X = \frac{v \cdot 0.02496 \cdot 100}{G} = \frac{2.4969 \cdot v}{G},$$

v——滴定时所消耗恰为0.1N的硫代硫酸鈉溶液之体积，以ml計；

G——样品的重量以g計；

0.024969——相当于1ml恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 数量，以g計。

注：若碘化鉀中含有碘酸盐，則于結果中引以适当的校正。

5. 水不溶物含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取50g样品，称准至0.01g加热溶于含有0.5ml硫酸之100ml的蒸餾水中。所得的溶液于烧杯中盖上表面玻璃，于水浴上加热1小时，經玻璃过滤坩埚过滤，残渣用150ml热水洗之，于105—110°烘干之至恒重。

如干残渣重量，不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………1mg

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

6. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

含Cl溶液，按ГОСТ4212—48配制。

蒸餾水。

不含Cl⁻試剂按下法制备：在100ml烧瓶里溶解本試剂8g于80ml水中，加硝酸8ml，硝酸銀溶液4ml，加水使溶液体积达100ml，并靜止18—20小时。从沉淀中虹吸清液并取出25ml以配制每个标准溶液。

二) 測定手續

称取样品2g，称准至0.01g。溶于40ml水中。于溶液中加入硝酸2ml及硝酸銀1ml。

如試液所呈现的乳色10分钟后不深于标准溶液所呈现之乳色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积內含有25ml不含Cl⁻硫酸銅溶液，及下列Cl量：

“化学純”样品……………0.02mgCl

“分析純”样品……………0.04mgCl

“純”样品……………0.1mgCl

7. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

不含鉄Fe⁺⁺⁺的氯化鉍，按ГОСТ 4212—48制备。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%和25%溶液。

盐酸，ГОСТ 3118—46，1.12。

磺酞水杨酸，ГОСТ 4478—48，10%的溶液。

含鉄 Fe^{+++} 溶液，按ГОСТ 4212—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取0.5g样品，称准至0.01g溶于20ml水中。于溶液中加入硝酸0.5ml，加热至沸5分钟，加入氯化铵1.5g及10%氨水溶液直至生成之沉淀溶解为止。

置溶液于开水浴上經1小时，然后以无灰滤紙过滤，用100ml水中含有氯化铵5g及25%的氨液5ml体洗滌沉淀，直至滤紙上的蓝色消失，然后以热水洗滌至不呈 Cl^- 反应为止。

将滤紙上洗净的沉淀溶于3ml盐酸中，以水10ml洗滌滤紙。溶液及洗液合并以10%氨水溶液中和用石蕊試紙加盐酸2—3滴再加水使溶液体积达25ml，加入磺酞水杨酸5ml搅拌，加入10%的氨水，溶液5ml再搅拌之。

如試液所呈现的颜色不比下法所制溶液颜色为深时，則認為样品符合标准于25ml含有盐酸2—3滴，及下列 Fe 量之溶液中：

“化学純”样品……………0.005mg Fe

“分析純”样品……………0.05mg Fe

“純”样品……………0.15mg Fe

再加入磺酞水杨酸溶液，5ml搅拌之，加入10%的氨液5ml，再搅拌之。

8. 硫化氢不沉淀金属含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4200—48，比重1.11。

硫化氢。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取10g样品，称准至0.01g，溶于145ml水中。溶液以硫酸5ml酸化之，加热至70—80°C，以硫化氢沉淀之，試驗沉淀作用是否完全。用折迭滤紙迅速滤出液体75ml，注意在过滤时滤紙中应充滿液体。

在白金或石英皿中蒸发滤液，首先在水浴上而后在沙浴上至硫酸停止冒烟，灼烧残渣至恒重为止。

如灼烧残渣之重量不超过下列数值时，則認為本样品符合标准：

“化学純”样品……………2.5mg

“分析純”样品……………5mg

“純”样品……………10mg

IV. 包装及标志

9. 样品之包装之标志按ГОСТ 3835—47进行之。包装形式1或5。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 897—41
	試 剂 無 水 硫 酸 銅 CuSO ₄	
	分子量 195.63 log—2.20311 (根据1940年国际原子量)	Л 5 1 組

I. 分 类

1. 本试剂仅以“純”品出产。

II. 技 术 条 件

2. 本试剂应为白色或带灰色的粉末，有吸湿性，溶于水。

3. 硫酸銅的含量应不少于98%。

4. 容許杂质的最大含量，以%計：

一) 水不溶物.....0.02

二) 鉄(Fe).....0.04

三) 硫化氢不沉淀的物质(硫酸盐).....0.3

III. 驗 收 規 則

5. 由每批分別取样。

所交來试剂的每一瓶均須經外部检查。为了平均試样的制备，从提交试剂瓶的总数中选取不超过10%瓶，但在小批时，不能少于2瓶，从选出的每瓶里按比例取出样品，并放于洁淨干燥的磨口瓶中，同时将所得的平均试样仔細混勻之。

取样的总重应不少于0.15kg。

将平均样品分成二部分，分置入二个洁淨干燥带有好磨口玻璃塞的玻璃瓶中。

每瓶上貼以标签并說明出品厂名称，试剂名称，品級。“純”，制造日期，批号，取样地点及日期。

每瓶瓶口加封，一瓶交给出品厂分析項目，另一瓶由其保存自采样日起經三个月以備仲裁分析之用。

IV. 試 驗 方 法

6. CuSO₄含量的測定

称取样品約0.6g，称准至0.0002g，溶于50ml水中，加入硫酸(比重1.11)和化学純或分析純的碘化鉀2g。

析出的碘以0.1N硫代硫酸鈉溶液滴定，在近終点时，加淀粉溶液作指示剂。

0.1N硫代硫酸鈉1ml相当于CuSO₄0.015963g；log—2.20311。

7. 杂质含量的測定

在杂质含量測定时取样应准确至0.01g。

一) 水不溶物。置样25g于200ml烧杯中，加热使溶于曾以硫酸(比重1.11)0.5ml酸化过的100ml水中。烧杯上盖以表面玻璃，水浴上加热1小时，然后經玻璃的过滤坩堝(4号或3号)品号“Дружная Горка”过滤之，沉淀用热水100ml洗滌之，在105—110°C烘干至恒重。

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年6月26日	实 施 日 期 1941年10月1日
-------------------	-------------------------	-----------------------

沉淀之量不应超过5mg。

二) 鉄(Fe)。在烧杯中溶解2g样品于50ml水中,加硝酸(比重1.15),0.5ml,加热使溶液煮沸5分钟。

然后加入1.5g不含鉄的氯化铵及稍过量的氨水(比重0.96)至所生沉淀复溶为止。盖以表面皿在沸水浴中經1小时,然后經无灰滤紙(直径7cm)。过滤之滤紙上的沉淀以洗液(不含鉄的氯化铵5g及25%的氨液5ml,于100ml水中)直至滤紙上的蓝色消失,然后以热水洗滌至不呈 Cl^- 反应为止。

滴加盐酸,溶解滤紙上的沉淀于2—3ml盐酸中(比重1.12),然后以少量水洗滌数次,收集滤液和洗液于100ml容量瓶中。瓶中溶液以水稀释至标綫,并振搖之。

然后以吸管从瓶中取出溶液10ml(相当于样品0.2g)加入水10ml,10%磺酞水杨酸溶液,2ml搅拌之,然后加入10%的氨液6ml再搅拌之,溶液所成黄色不应比标准溶液的顏色为深,該标准液制备如下:于含有Fe0.08mg的20ml水中,加入盐酸(比重1.12),0.2—0.3ml,10%磺酞水杨酸溶液2ml,搅拌后再加10%氨水溶液6ml搅拌之。

注:1. 配制标准Fe溶液:溶解化学純的鉄鉄矾8.635g于曾以硫酸(比重1.11)25ml酸化过的水中,然后所得溶液以水稀释至1l——溶液A。

溶液A8ml以水稀至100ml——溶液B。

溶液B1ml含有Fe0.08mg。

溶液B应为新鮮配制。

2. 配制不含鉄的氯化铵:将70g样品加热溶解于120ml水中,于溶液中加入少量氨液至显呈臭味,置水浴上經1—1.5小时趁热过滤,滤液冷却之,在玻璃过滤漏斗上析出的結晶,于空气中干燥之。

将母液浓缩中还能得到一些盐。

三) 硫化氢不沉淀的物质(硫酸盐)。

溶解5g样品于145ml水中,以硫酸(比重1.11)5ml酸化之,加热到70—80°C,通入硫化氢至銅完全沉淀,从已沉淀完全的溶液中,迅速放一折滤紙滤出液体75ml(相当于本样品),注意过滤时,滤紙上应充滿滤液(为了防止硫化銅之可能氧化以及銅之滤入滤液中)将滤液在預先称量过的白金或石英皿中蒸发,最初在水浴上,而后置沙盘上,直至停止冒硫酸蒸气为止。所得残渣,小心在直接火焰上灼烧5分钟,冷却后称重。灼热后残渣之量应不少于75mg。

V. 包装及标志

8. 样品应装于带有好的磨口或好的軟木塞子的玻璃瓶中。

軟木塞下面以油紙保护之。

玻璃及木塞子上面封以胶膜或石蜡及油紙。

淨量应为,0.1kg,0.25kg,及0.5kg。

9. 每瓶应有标签并注明:出品厂名称,試剂名称,品級,“純”制造日期,試剂重量,批号,分析項目,检查員签証及“ГОСТ 897—41”。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4167—48
	試 劑	代替 OCT HKTP 6414/322
	氯 化 銅	Л 5 i 組

氯化銅应为淡蓝綠色結晶，溶于水。

分子式： $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——170.49。

Ⅰ. 技 术 条 件

1. $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量不少于99%。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 不溶物	0.10	0.02
(2) 硫酸盐 SO_4	0.005	0.02
(3) 砷或砷土金属(硫酸盐)	0.05	0.2
(4) 鉄(Fe)	0.003	0.005
(5) 砷(As)	0.002	0.005

Ⅱ. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。
取样总量应不少于0.4kg。

Ⅲ. 測 定 方 法

4. $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

碘化鉀，ГОСТ 4232—48。

硫代硫酸鈉，ГОСТ 4215—48，0.1N的溶液。

淀粉，0.5%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取約0.5g样品称准至0.0002g，溶于50ml水中。溶液以硫酸5ml酸化之，加不含碘酸盐的碘化鉀2g。同时以硫代硫酸鈉溶液滴定，近滴定終点时加入淀粉溶液。

$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数(X)按下式計算：

$$X_1 = \frac{V \cdot 0.017049 \cdot 100}{G} = \frac{1.7049 \cdot V}{G},$$

式中：

化学工业部提出

全苏标准委員會批准

实 施 日 期

1948年5月6日

1949年6月1日

V——滴定时所消耗恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液之体积，以ml計；

G——样品之重量，以g計；

0.017049——相当于1ml，恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液的 $\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 数量，以g計。

注：如碘化鉀含有碘酸盐，則于結果中須加以适当校正。

5. 水不溶物含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取本試剂50g，称准至0.01g，加热溶于150ml水中。溶液以盐酸1ml酸化之，置沸水浴上經1小时。溶液經玻璃或磁过滤坩堝过滤之，以水洗滌，在105—110°C时烘干至恒重。

如烘干于残渣之量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………5mg

“純”样品……………10mg

6. 硫酸盐(SO_4)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取10g样品，称准至0.01g，溶于100ml水中。溶液过滤之，滤液以盐酸1ml酸化之，加热至沸，加氯化銀溶液5ml，靜置18—20小时。

析出之沉淀用磁过滤坩堝过滤之，然后以水洗淨至不呈 Cl^- 反应，烘干，灼烧至恒量为止。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时，認為样品符合标准：

“分析純”样品……………1.2mg

“純”样品……………4.8mg

7. 砷或砷土金属(硫酸盐)含量之測定

一) 需用試剂：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

硫化氢。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取5g样品称准至0.01g，溶于195ml水中。溶液以硫酸5ml酸化之，加热至70—80°C，通入硫化氢。使其靜置2—3小时，以折迭滤紙迅速滤出液体100ml，为了防止硫化銅可能氧化及銅穿过滤紙而入滤液中注意滤紙上随时应充滿液体。

在水浴及沙浴上繼續蒸发滤液并小心地在直接火焰上灼烧至灼烧至硫酸停止冒烟。以2—3ml水处理三次，每次均至蒸干，然后加热用水抽取盐类，并过滤之，收集滤液于一

試 劑。 氮 化 銅

ГОСТ 4167—48

秤过重的蒸发皿中。蒸发滤液至干，小心地灼烧残渣至恒重。

如烧过残渣之量不超过下列数值时，認為样品符合标准：

“分析純”……………1.2mg

“純”样品……………5mg

8. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.11。

不含鉄Fe的氯化銨，按 ГОСТ 4517—48制备。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%或25%溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，4N之溶液。

磺醯水杨酸，ГОСТ 4478—48，10%溶液。

蒸餾水。

含Fe⁺⁺⁺溶液、按 ГОСТ 4212—48制备。

二) 測定手續

秤取5g样品，秤准至0.01g，溶于30ml水中。溶液以硝酸 1ml 酸化之，加热至沸，然后加入氯化銨10g，再加热至沸，加入 10%氨水溶液直至沉淀溶解为止。所得溶液置水浴上經小时。无灰滤紙过滤，用100ml水中，含氯化銨(不含Fe)5g，及25%氨水溶液 25ml的液体，洗滌沉淀，至滤紙上的蓝色消失，然后以热水洗滌至不呈Cl⁻反应为止。以硫酸溶液 10ml 溶解滤紙上洗净过的沉淀，以水洗滌滤紙，收集滤液及洗液于100ml 容量瓶中，加水使溶液体积达100ml。

置所得溶液10ml于三角烧瓶中，加水10ml及磺醯水杨酸溶液5ml，搅拌，加入10%氨水溶液6ml，再搅拌之。

如試液所呈顏色不比下法所制溶液的顏色深时，則認為样品符合标准。

于20ml含有硫酸溶液1ml，及下列Fe量之溶液中：

“分析純”样品……………0.015mgFe

“純”样品……………0.025mgFe

加入磺醯水杨酸溶液5ml搅拌之，加入10%氨水溶液6ml，再搅拌之。

9. 砷(As)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

盐酸合联氨，OCT HKTP 8295/1486。

苛性鈉，ГОСТ 4328—48，40%之溶液。

碳酸氢鈉，ГОСТ 4201—48。

金属碘，4159—48，0.01N之溶液。

酚酞，OCT HKTP 2857，1%的酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

秤取25g样品，秤准至 0.01g，置于烧瓶中，加入盐酸 10ml，仔細搖动。加入盐酸合联

氨2g，連接液气分离器及冷凝器，并进行蒸餾，收集蒸餾液于盛有50ml容量为500ml的錐形燒瓶中，并以冰冷却。

在蒸出約 75ml 液体后，經瓶塞上所插的漏斗中滴加盐酸 50ml，再繼續蒸餾至瓶中剩下約 25ml 液体为止。

將錐形瓶中的液体緩緩加入苛性鈉溶液中中和之，用酚酞作指示剂，中和时溶液应冷却之。

于溶液中加入盐酸至刚呈酸性反应，并加碳酸氢鈉2g，以0.01N 碘溶液滴定之，用淀粉作指示剂。

砷百分含量(X_2)按下式計算：

$$X_2 = \frac{V \cdot 0.000375 \cdot 100}{G} = \frac{0.0375 \cdot V}{G},$$

V——滴定时所消耗恰为0.01N 碘液的体积，以ml計；

G——样品以g計；

0.000375——相当于1ml，恰为0.01N 碘液的砷量，以g計。

注：1. 必須在同样条件下作一校正試驗以检查同量盐酸中砷的含量加以修正。

2. 蒸餾时为了避免液体散失 将冷凝器的一端連接一 100ml 吸管，再将吸管他一端插入接受器的液体中。

IV. 包装及标志

10. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式 1 或 5。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 1124—41
	試剂	
	电 解 銅 原子量(根据1941年国际原子量) —63.57; log=1.80325	Л 5 1 組

I. 分 类

1. 按銅和氧的含量本試剂可区分为:

“分析純”,

“純”。

II. 技术条件

2. 由MO及MI(ГОСТ 859—41“銅分类”)品号銅来制备电解銅(試剂)。

3. 銅含量, 以%計:

“分析純”样品……………不少于99.95,

“純”样品……………不少于99.90。

4. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂质名称	試 剂	
	“分 析 純”	“純”
(1) 铋(Bi)	0.002	0.002
(2) 銻(Sb)	0.002	0.002
(3) 砷(As)	0.002	0.002
(4) 鉄(Fe)	0.005	0.005
(5) 鎳(Ni)	0.002	0.002
(6) 鉛(Pb)	0.005	0.005
(7) 錫(Sn)	0.002	0.002
(8) 硫(S)	0.005	0.005
(9) 鋅(Zn)	0.005	0.005
(10) 氧(O)	0.02	0.08

注: 銀及金含量算入銅含量內(第3条), 其总量应不超过0.002%。

5. 所生产之电解銅(試剂): “分析純”——为片状, 带状, 刨削状, 而“純”——为絲状

	长 度		宽 度		厚度或直径	
	由	至	由	至	由	至
片	200	—	200	—	0.5	1
带	750	—	10	30	0.1	0.5
削片	5	10	1	2	0.5	—
細絲	—	—	—	—	0.1	1
粒	—	—	—	—	8	15

苏联有色冶金 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年8月23日	实施日期 1941年12月1日
-------------------	-------------------------	--------------------

及粒状，其大小以mm計：

III. 驗 收 規 則

6. 每批分別进行采样，逐瓶需經外观检查。
7. 由每批总瓶数中选出5%瓶，但小批时不得少于二瓶。
8. 按下法选出銅片的平均样品：清除各銅片表面的氧化物，将其折成直角形，于其中心及对角綫各端鉗孔；削片厚度約0.5mm宽度1—3mm，及长度5—10mm。
鉗孔不能用液体油，小泡沫等，使削片不发生氧化作用，弃去被氧化的削片。
将得到的削片仔細地搅勻，并用四分法得到500g，用强磁铁除去可能含有的鉄質。
9. 将由銅条或銅絲所取的平均試样切成小片(直径由3至5mm)以四分法取其量不少于500g。
10. 由选出各瓶中倒出削状或粒状的銅平均試样，其量不少于500g。
11. 将每批的平均試样置于三个干淨帶有磨口塞的玻璃瓶中。塞之上端复以胶膜或油紙并封以石蜡。
12. 每瓶上貼以标签并注明：出品厂名称，試剂名称，品級“分析純”或“純”，批号，取样日期及地点。
13. 加封各瓶。将其中一瓶送交工厂实驗室作分析用，取另外一瓶保存三月以备仲裁分析。

根据双方協議选择仲裁分析实驗室。

IV. 試 驗 方 法

14. 根据ГОСТ 635—41“銅化学分析方法”(对MO及MI品号)进行电銅(試剂)分析。

V. 包 装

15. 将小薄片及銅条包装于带有合适木塞的玻璃瓶中，淨重为1—2kg。
将細絲卷成捆，并包装于同样玻璃瓶中。
削状及粒状銅取250至1000g包装于带有磨口塞的玻璃瓶中。
16. 使每瓶貼以标签及注明：出品厂名称，試剂名称，品級(“分析純”或“純”，淨重，批号，分析項目及“ГОСТ”1124—41”。
17. 出品厂对每批的該电解銅(試剂)之化学純或附有証明书。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 4328—48
	試 剂	代替 OCT 17375—40
	氫 氧 化 鈉	Л 5 1 組

氫氧化鈉为白色吸水粒状或切断面呈晶体结构的长棒状。

分子式: NaOH。

分子量(根据1947年国际原子量)—40.01。

Ⅰ. 技术条件

1. NaOH之百分含量不少于%:

“化学純”样品……………95

“分析純”样品……………95

“純”样品……………94

2. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 氯化物(Cl)	0.005	0.01	0.025
(2) 硫酸盐(SO ₄)	0.005	0.01	0.03
(3) 矽酸盐(SiO ₃)	0.01	0.02	0.1
(4) 磷酸盐(PO ₄)	0.003	0.005	0.01
(5) 氮(N)硝酸盐, 亚硝酸盐, 氨等的总氮量	0.001	0.001	0.001
(6) 鉄(Fe)	0.0005	0.001	0.002
(7) 硫化氢組的重金属(Ag)	0.003	0.003	0.003
(8) 鈣(Ca)	0.012	0.024	0.06
(9) 碳酸鈉(Na ₂ CO ₃)	1	2	4
(10) 氨沉淀的物质(Al ₂ O ₃ ; Fe ₂ O ₃)	0.01	0.02	0.1

Ⅱ. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品总重不得少于0.4kg。

Ⅲ. 測定方法

4. 作为測定用的样品溶液的配制。

称取100g样品, 称准到0.01g, 溶解在不含碳酸气的新制蒸餾水中(ГОСТ 4517—48)用水稀释溶液的体积至500ml——为A溶液。

5. 氫氧化鈉(NaOH)和碳酸鈉(Na₂CO₃)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 1N之溶液。

化学工业部提出	全苏标准委员会批准 1948年7月19日	实施日期 1949年6月1日
---------	-------------------------	-------------------

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%之溶液。

甲基橙，0.1%水溶液。

酚酞，OCT HKTII 2857，1%酒精溶液。

蒸餾水，不含碳酸氣(CO₂)，按ГОСТ 4517—48配制。

二) 測定手續

取两份 5ml 溶液A，用不含碳酸氣的水分別稀釋至 100ml。第 1 份內加入 5ml 氯化銀溶液，靜置 15 分鐘，然後用 1 N 鹽酸溶液以酚酞為指示劑時滴定之。第 2 份以甲基橙為指示劑用 1 N 鹽酸溶液滴定之。

NaOH 的含量百分數(X₁)，按下式計算：

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0.04001}{G} \cdot 100 = \frac{4.001 \cdot V_1}{G},$$

Na₂CO₃ 的含量百分數(X₂)按下式計算：

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0.0530}{G} \cdot 100 = \frac{5 \cdot (V_2 - V_1)}{G},$$

式中：

V₁—第一部分的試液滴定时所用恰为 1 N 鹽酸溶液的数量，以 ml 計；

V₂—第二部分的試液滴定时所用恰为 1 N 鹽酸溶液的数量，以 ml 計；

G—相當于 5ml A 溶液的重量，以 g 計；

0.04001—相當于 1ml 恰为 1 N 鹽酸溶液的 NaOH 数量，以 g 計；

0.0530—相當于 1ml 恰为 1 N 鹽酸溶液的 Na₂CO₃ 数量，以 g 計。

6. 氯液(Cl)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，“化學純”，比重 1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 溶液。

蒸餾水。

含 Cl⁻ 的溶液，按 ГОСТ 4212—48 制备。

二) 測定手續

取 1ml 溶液A，用 25ml 水稀釋之，加約 1ml 硝酸以中和溶液(以石蕊試紙試驗)再加入 2ml 硝酸和 1ml 硝酸銀溶液。

如試液所呈現的乳色，經 10 分鐘後，不深于標準溶液所呈現的乳色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積內含有 2ml 硝酸和 1ml 硝酸銀的溶液及下列 Cl 量：

“化學純”樣品……………0.01 mg Cl

“分析純”樣品……………0.02 mg Cl

“純”樣品……………0.05 mg Cl

注：硝酸銀溶液應同時加入標準溶液及試液中。

7. 硫酸鹽(SO₄)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，“化學純”，比重 1.12。

試 劑。 氫 氧 化 鈉

ГОСТ 4328—48

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%的溶液。

氯化鈉，ГОСТ 4233—48。

含有 SO_4^{2-} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取溶液A 20ml用盐酸中和之(以石蕊試紙試驗之)于此溶液中加入 0.5ml 同樣的酸，注水使成50ml的體積。將溶液過濾，于濾液中加2.5ml氯化銀溶液。

如試液所呈現的乳色 2 小時後不深于標準溶液的乳色時，則認為樣品符合標準。標準溶液為同體積內含有5.5g(不含硫酸鹽的)氯化鈉，0.5ml 鹽酸，2.5ml 氯化銀溶液及下列 SO_4 量：

“化學純”樣品……………0.2mg SO_4

“分析純”樣品……………0.4mg SO_4

“純”樣品……………1.2mg SO_4

注：當沒有不含 SO_4^{2-} 的氯化鈉時，溶解22g現成的氯化鈉于160ml水中，加2ml 鹽酸，10ml 氯化銀溶液，攪拌和靜置之。經 18—20 小時以後，過濾溶液，為了每個標準溶液的配制，取濾液 43ml 使適合 SO_4 的量，同時加水至成52.5ml的體積。

8. 矽酸(SiO_3)及磷酸鹽(PO_4)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

α —二硝基苯酚(2,4)或 β —二硝基苯酚(2,6)飽和的水溶液。

硝酸，ГОСТ 4461—48，5N的溶液。

鉬酸鉍，ГОСТ 3765—47，10%的溶液。

丁醇。

三氯甲烷，ГОСТ 3160—46。

三氯甲烷和丁醇的混合液—1 體積之丁醇與 2 體積之三氯甲烷。

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

含有 SO_4^{2-} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

含有 PO_4^{3-} 之溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取2g樣品，稱准到0.1g，溶解在20ml水中(在鉑金皿中)。在溶液中加 2—3 滴 α 或 β 二硝基苯酚用硝酸溶液中和至無色。用水稀釋溶液至50ml，移入100ml或250ml 之分液漏斗中，加0.5ml硝酸溶液，3ml 鉬酸鉍溶液振蕩之，靜置 5 分鐘後，注入 5 ml 硝酸溶液。

為了分離磷鉬酸和矽鉬酸所形成的混合酸從濾液中抽取磷鉬酸。

為了抽取，于溶液中加 15ml 丁醇與氯仿的混合液，攪拌液體到低層的溶液不透明時，原來的漏斗不要振動(15次—20次)然後分層。將漏斗低層的液體注入于 100ml 的量瓶中用同樣的方法抽取二次，每次加 10ml 丁醇與三氯甲烷的混合液。將低層的液體注入于同樣的瓶內，搖蕩瓶中之溶液，若其呈混濁，則一滴一滴加醋酸至溶液完全透明(每一滴加入後都要攪拌)傾注余留在漏斗中的溶液于另一個瓶中。

如所分離的兩份試液的顏色不比用同樣方法分離標準溶液的顏色為深時，則認為本樣品

符合标准，标准溶液之配制如下：

在分液漏斗中放50ml水其含有：

“化学純”样品……………0.2 mg SiO_2 及0.06mg PO_4

“分析純”样品……………0.4 mg SiO_2 及0.1mg PO_4

“純”样品…………… 2 mg SiO_2 及0.2mg PO_4

于其中加入0.5ml硝酸溶液，3ml鉬酸鉍溶液靜置5分钟加5ml硝酸溶液。

9. 氮(N)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

金属鋁絲或鋁箔或节瓦尔德(Деварда)合金。

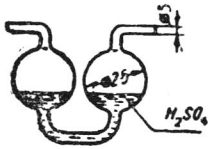
硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84，1:3的稀溶液。

納氏(Несслер)試剂，按ГОСТ 4517—48配制。

含 N 溶液，按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續



取10ml溶液A于150ml之瓶中加入50ml水和約0.5g一小块的鋁絲鋁箔或节瓦尔德合金。用塞子塞住瓶口，塞上有插玻管与一装有稀硫酸的双球管相連結(参考图)，靜置3—4小时并定期搖动。然后留40ml液体于50ml带有玻璃塞的量筒中，筒中盛有10ml水，于其內加1ml納氏試剂并好好搖动之。

如試液所呈現的顏色，不深于同体积內含有0.02mlN和1ml納氏試剂的溶液所呈現的顏色时，則認為样品符合标准。

10. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，“化学純”，比重1.12。

磺醢水杨酸，ГОСТ 4478—48，10%的溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47 10%。

含有 Fe^{+++} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取5ml溶液A用盐酸中和(以石蕊試紙試之)多加2—3滴使微过量，加水使溶液至15ml，加2ml磺醢水杨酸溶液，攪拌加5ml鉍液，再攪拌之。

如試液所呈現的顏色不深于下法所配制的标准溶液的顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液的制备；于150ml水中含有下列 Fe 量：

“化学純”样品……………0.005 mg Fe

“分析純”样品……………0.01 mg Fe

“純”样品……………0.02 mg Fe

再加2ml磺醢水杨酸溶液，攪拌加5ml溶液再攪拌之。

11. 硫化氢組重金属銀(Ag)含量的測定

試 劑。 氫 氧 化 鈉

ГОСТ 4328—48

一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, “化学純”, 比重1.15。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氫水, 按ГОСТ 4517—48配制。

含Ag的溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制

蒸餾水。

二) 測定手續

25ml于溶液A中加硝酸至呈微鹼性反应(以石蕊試紙試之。加1ml水冰醋酸, 加水使溶液体积至50ml)并加10ml新制配的硫化氫水。

如經試液所呈現的顏色5分鐘后不深于标准溶液的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有同重的冰醋酸, 新配制的硫化氫水, 和0.15mgAg。

12. 氨沉淀物(Al_2O_3 ; Fe_2O_3)含量的測定:

一) 需用試劑及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%之溶液。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

二) 測定手續

用盐酸中和 25ml 溶液 A (以石蕊試紙試之)。于溶液中加入2ml氨溶液加热到沸騰, 并保持于沸騰的水浴上30分鐘。过滤析出的沉淀保存滤液(不含洗液), 以备定鈣之用。用热水洗滌滤紙上的沉淀至无 Cl^- 反应(以硝酸銀試之)为止, 干燥并灼烧至恒重。

“如灼烧残渣之重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准。

“化学純”样品……………0.5mg

“分析純”样品……………1 mg

“純”……………5 mg

13. 鈣(Ca)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

草酸銨, OCT 2758, 飽和溶液。

氯化鈉, ГОСТ 4233—48。

含 Ca^{++} 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于上項測定的滤液中(参考第12条)加2ml氨液, 2ml草酸銨溶液及水到50ml, 搅拌溶液加热到沸騰。

如試液中析出之沉淀18—20小时后不大于标准溶液析出之沉淀时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积內含有7g氯化鈉(不含鈣的)同量的氨液和草酸銨溶液及下列Ca量:

“化学純”样品……………0.6 mg Ca

“分析純”样品……………1.2 mg Ca

“純”样品……………3 mg Ca

注：当沒有不含Ca⁺⁺的氯化鈉时，溶解28g現成的氯化鈉于160ml水中，加8ml氨液，8ml草酸鈰溶液，攪拌并加热到沸騰。經過18—20小时后过滤，为了配制每一个标准溶液，取44ml所得的滤液（此溶液含有适量的鈣）并加水到50ml。

IV. 包装及标志

14. 样品之包装及标志按ГОСТ3885—47进行之。包装形式6，对“純”为9。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 4197—48
	試 剂	代 替 OCT HKTH 7378/532
	亞 硝 酸 鈉	JI 5 1 組

亞硝酸鈉为淡黃綠色的結晶融成块状或棒状，在空气中潮解。

分子式： NaNO_2 。

分子量(按1947年国际原子量)——69.01。

工. 技 术 条 件

1. NaNO_2 含量的百分数不得小于：

“化学純”样品……………98

“分析純”样品……………98

2. 容許杂质之最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.005	0.02	0.04
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.015	0.03
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0002	0.0005	0.001
(5) 鉄(Fe)	0.0002	0.0004	0.001
(6) 鉀(K)	0.000	0.005	0.01

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47，进行之。

取样的总重量不应少于0.4kg。

III. 测 定 方 法

4. NaNO_2 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

过錳酸鉀，ГОСТ 4527—48，0.1N之溶液。

硫酸，ГОСТ，4204—48，10%之溶液。

碘化鉀，ГОСТ 4232—48。

硫代硫酸鈉，ГОСТ 4215—48，0.1N之溶液。

淀粉，0.5%之溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取約 1.4g (称准到0.0002g) 溶解在水中，用水稀释溶液的体积至 100ml。慢慢加入 10ml 混合溶液(50ml 高錳酸鉀溶液，300ml 水和 50ml 硫酸) 同时搅拌之。經過十分鐘，于混合

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年6月8日	1949年6月1日

物中加3g碘化鉀及淀粉溶液用硫代硫酸鈉溶液滴定之。

NaNO_2 含量的百分數(X)按下式計算之：

$$X = \frac{(50 - V) \cdot 0.0034505 \cdot 100 \cdot 100}{G \cdot 10} = \frac{3.4505 \cdot (50 - V)}{G},$$

式中：

50——所取過量的恰為0.1N高錳酸鉀溶液的體積以ml計；

V——滴定所用恰為0.1N之硫代硫酸鈉溶液的體積以ml計；

G——本樣品的稱重量以g計；

0.0034505——相當於1ml恰為0.1N標準高錳酸鉀溶液的 NaNO_2 的量以g計。

5. 水不溶物含量的測定

稱取本樣品50g稱准至0.01g，溶解在100ml蒸餾水中。將溶液在水浴上加熱1小時，然後用玻璃漏斗過濾。用熱蒸餾水洗殘渣，在105—110°C烘干至恒重。

如干燥殘渣的重量不超過下列的數值時，則認為樣品符合標準。

“化學純”樣品……………1 mg

“分析純”樣品……………2.5mg

“純”樣品……………5 mg

6. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用的試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

含有 Cl^- 溶液，按ГОСТ 4212—48製備。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取1g樣品稱准至0.01g溶解在35ml水中，將溶液過濾，用熱水洗淨，加5ml硝酸，加熱沸騰，至褐色氣體放盡。冷卻溶液用水補充使其體積至42ml並加2ml硝酸銀溶液。

如試液所呈現的乳色20分鐘後不深於標準溶液所呈現之乳色時，則認為樣品符合標準。

標準溶液為在同體積內含有同量的硝酸、硝酸銀及下列Cl量：

“化學純”樣品……………0.05mg Cl

“分析純”樣品……………0.2 mg Cl

“純”樣品……………0.4 mg Cl

7. 硫酸鹽(SO_4)含量的測定

一) 需用的試劑及溶液：

氯化鉍，ГОСТ 3773—47。

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

試 剂。 亚 硝 酸 鈉

ГОСТ 4197—48

称取10g样品称准至0.01g溶解在50ml水中。于溶液中加入10g不含 SO_4^{2-} 的氯化铵，搅拌在水浴上蒸干之再加入所需要量的水，使其重新溶解并再蒸干一次。

溶解残渣于50ml水中，过滤，洗净滤纸，用水稀释滤纸至100ml，于溶液中加入1ml盐酸，加热至沸腾，加5ml氯化钡溶液，并静置16—18小时。

以瓷过滤坩埚过滤析出之沉淀，用水洗并烧灼至恒重。

如烧灼残渣的重量不超过下列数值时，则认为样品符合标准：

“化学纯”样品……………1.2mg

“分析纯”样品……………3.6mg

“纯”样品……………7.2mg

注：如应用氯化铵和盐酸含有 SO_4^{2-} ，则测定的结果应加以适当校正。

8. 硫化氢组重金属铅(Pb)含量的测定

一) 需用试剂及溶液：

氯化铵，ГОСТ 3773—47。

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

硫化氢水，按ГОСТ 4517—48制配。

含 Pb^{2+} 溶液，按ГОСТ 4212—48制备。

蒸馏水。

二) 测定手续

称取10g样品称准至0.01g溶解在50ml水中，于溶液中，加10g氯化铵，溶解后如第7条所示蒸发之。将干的残渣溶解于40ml水中。如果需要过滤时，可将溶液过滤之。加0.5ml醋酸和10ml新制的硫化氢水。

如试液所呈现的颜色10分钟后不深于标准溶液之颜色时，则认为样品符合标准。

标准溶液同体积内含同量的醋酸，新制的硫化氢水，及下列Pb量：

“化学纯”样品……………0.02mgPb

“分析纯”样品……………0.05mgPb

“纯”样品……………0.1 mgPb

9. 铁(Fe)含量的测定

一) 需用之试剂及溶液：

氯化铵，ГОСТ 3773—47。

磺酞水杨酸，ГОСТ 4478—48，10%溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%之溶液。

含 Fe^{3+} 溶液，按ГОСТ 4212—48制备。

蒸馏水。

二) 测定手续

称取2g样品称准至0.01g，溶解在20ml水中。于此溶液中，加2g氯化铵溶解后，如第7条所示蒸发。干燥的沉淀，溶解在20ml水中，加2ml磺酞水杨酸溶液，搅拌加5ml氨液并再搅拌。

如试液所呈现的颜色经10分钟后不深于标准溶液的颜色时，则认为样品符合标准。

标准溶液为20ml溶液中，含有2g氯化鉍，及下列Fe量：

“化学純”样品……………0.004mg Fe

“分析純”样品……………0.008mg Fe

“純”样品……………0.02 mg Fe

再加2ml磺酰水杨酸溶液，搅拌，加5ml氨液，再搅拌之。

10. 鉀(K)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸鈉，ГОСТ 4168—48。

含 K^+ 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

亚硝酸鈷鈉，ГОСТ 4219—48，20%之溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取3g 样品称准至0.01g，溶解在15ml水中。于此溶液中，加6.5ml 硝酸，在水浴上蒸干，溶解残渣在15ml水中过滤，并加5ml新配制的亚硝酸鈷鈉溶液。

如試液所生成的沉淀經24 小时后不多于标准溶液所生成之沉淀时，則認為样品符合标准。

标准溶液为同体积內合同量的亚硝酸鈷鈉，3.7g 硝酸鈉（不含 K^+ ）的溶液及下列K量：

“分析純”……………0.15mg K

“純”……………0.3 mg K

“化学純”……………样品时試液經過24小时后，不应有显明的沉淀产生。

IV. 包装及标志

11. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为1或5。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 4168—48
	試 剂	代替 OCT 5110
	硝 酸 鈉	Л 5 1 組

硝酸鈉为无色的透明的結晶体。

分子式： NaNO_3 。

分子量(根据1947年国际原子量)——85.01。

工. 技术条件

1. 无水 NaNO_3 样品的含量不小于99.8%。
2. 容許杂质之最大含量, 以%計:

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.004	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.0005	0.002	0.005
(3) 氯酸盐和过氯酸盐(Cl)	0.001	0.003	0.006
(4) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.01	0.02
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0003	0.0005	0.001
(6) 鉄(Fe)	0.0001	0.0005	0.001
(7) 鈣及鎂($\text{CaOMg}_2\text{P}_2\text{O}_7$)	0.005	0.01	0.02
(8) 磷酸盐(PO_4)	0.0005	0.001	0.001
(9) 亚硝酸盐(NO_2)	0.0001	0.0005	0.001
(10) 碘酸盐(IO_3)	0.0005	0.002	0.004
(11) 鉀(K)	0.005	不定标准	

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。
- 所取样品的总量不应少于0.3kg。

III. 測定方法

4. NaNO_3 含量之測定

一) 需用的試剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.11。

碳酸鈉, ГОСТ 3770—47。

蒸餾水。

二) 測定手續

将本試剂研成細粉在 $130^\circ\text{—}140^\circ\text{C}$ 烘两小时。称取烘干之样品約1g(称准至0.0002g), 加入3.5ml 硫酸。将此溶液在水浴上蒸发近干, 然后在砂浴上蒸发至残渣干涸。于残渣中加

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实施日期
	1948年5月6日	1949年6月1日

0.2—0.3g固体的碳酸鈉并烧灼至恒重。

如取 1g 样品經灼烧后残渣的重量不少于0.835g时。則認為样品符合标准。

5. 水不溶物含量的測定

称取50g样品，称准至 0.01g，加热溶解在 100ml 蒸餾水中。将溶液在沸水浴上 放置 1 小时，然后用玻璃过滤坩埚过滤。

滤液和洗液收集在250ml 量瓶內，用蒸餾水使溶液的体积至标綫。保存溶液 以备下面的測定用(参考第 6, 8, 9, 11, 12, 13, 14及15条)。

用热水洗滌滤紙上的沉淀及在105—110°C 烘干至恒重。

如烘干残渣重量不超过下列之值数时，則認為样品符合标准：

“化学純”……………2 mg

“分析純”……………2.5mg

“純”……………5 mg

6. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

含Cl⁻溶液，按 ГОСТ 4212—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

从第 5 条得到的溶液10ml，用水稀释至40ml，加 2ml 不含 Cl⁻ 的硝酸及 1ml 硝酸銀溶液。

如标准溶液所呈现的乳色时，則認為样品符合标准，試液所呈现之乳色10分钟后不深于标准溶液为同体积內含有同量的硝酸，硝酸銀溶液及下列Cl⁻量：

“化学純”样品……………0.01mg Cl⁻

“分析純”样品……………0.04mg Cl⁻

“純”样品……………0.1 mg Cl⁻

注：硝酸銀溶液应同时加到試液及标准溶液中。

7. 氯酸盐和过氯酸盐(Cl)含量之測定

一) 需用的試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N溶液。

含Cl⁻溶液，按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取 2g 样品，称准至0.01g，置于磁坩埚內加热到盐开始另解，然后冷却，并使其溶解在40ml水中，过滤加2ml不含Cl⁻的硝酸和1ml硝酸銀溶液。

如試液所呈现的乳色10分钟后不深于标准溶液所呈现之乳色时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积內含有同量的硝酸，硝酸銀的溶液以及下列Cl⁻量：

試 劑。 硝 酸 鈉

ГОСТ 4168—48

“化学純”样品……………0.02mg Cl

“分析純”样品……………0.06mg Cl

“純”样品……………0.12mg Cl

注：如氯化物是按照第6条試驗得到时，則在标准溶液中的Cl量，应适当的增加。

8. 硫酸盐(SO₄)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

甲醛，ГОСТ 1625—45，30~40%溶液。

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19及1.12。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取第5条所得到的溶液50ml，放入250ml的三角瓶中，在水浴上加热。从水浴上取下热的溶液加15ml甲醛和15ml盐酸(比重1.19不含SO₄²⁻)。用表面皿盖好然后移溶液到200ml磁皿中，在水浴上蒸发至干，并烧灼沉淀，即开始在砂浴上烧5分钟以后，移火焰上烧灼。烧灼后的沉淀使溶解在50ml水中。溶液用細密的滤紙过滤，然后用50ml水洗之，滤液用1ml盐酸(比重1.12)酸化，加热至沸騰加5ml氯化銀溶液，靜置18~20小时。析出之沉淀用磁过滤坩埚过滤，洗滌至不含Cl⁻离子反应为止，烘干及烧灼至恒重。

如果烧灼后沉淀的重量不大于下列数值时，則認為样品符合标准。

“化学純”样品……………1.2mg

“分析純”样品……………2.4mg

“純”样品……………4.8mg

9. 硫化氢組重金屬(Pb)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

醋酸鈉，ГОСТ 3117—46，10%溶液。

新制备的硫化氢水，ГОСТ 4517—48。

含Pb²⁺溶液。按ГОСТ 4212—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

取第5条所得的溶液50ml，加水使体积至80ml，并加1ml醋酸，1ml醋酸鈉溶液及20ml硫化氢水。

如試液所呈現的顏色經10分钟后不深于标准溶液所呈現之顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含有同量的醋酸，醋酸鈉，硫化氢水及下列Pb量：

“化学純”样品……………0.03mg Pb

“分析純”样品……………0.05mg Pb

“純”样品……………0.1 mg Pb

10. 鉄(Fe)含量之測定

一) 应用試剂及溶液：

磺醢水杨酸，10%的溶液，ГОСТ 4478—48。

氨水，10%的溶液，ГОСТ 3760—47。

含 Fe^{++} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

用20ml水溶解2g的試劑(稱准至0.01g)。加2ml的磺醢水杨酸溶液，攪混，加入5ml氨液，再攪混之。

如溶液所呈現之顏色不深于标准溶液所呈現顏色時，則認為样品符合标准：

标准溶液为20ml水中，含有下列之Fe量：

“化学純”样品……………0.002mg Fe

“分析純”样品……………0.01 mg Fe

“純”样品……………0.02 mg Fe

再加磺醢水杨酸溶液2ml，攪拌之，加入5ml氨液，再攪拌之。

11. 鈣和鎂(CaO 和 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

草酸銨，4%的溶液，OCT 2758。

磷酸銨，10%的溶液，ГОСТ 3772—47。

氨水，10%的溶液，ГОСТ 3760—47。

蒸餾水。

二) 測定手續

取第五条所得之溶液50ml，加水使体积至75ml，加入5ml草酸銨溶液，2ml磷酸銨溶液和15ml的氨溶液。过12—18小时，过滤析出之沉淀，用含有0.5%草酸銨和2.5%氨液的水洗滌，然后灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………0.5mg

“分析純”样品……………1 mg

“純”样品……………2 mg

12. 磷酸盐(PO_4)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

鉬酸銨溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

蒸餾水。

不含 $\text{PO}_4^{=}$ 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

硫酸和硝酸之混合酸，按ГОСТ 4517—48配制。

二) 測定手續

取第五条所得之溶液，25ml，加入2ml硫酸与硝酸之混合酸，10ml的鉬酸銨溶液，在温度 50°C 加热1小时。

如析出的沉淀不超过标准溶液所析出之沉淀时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积中含同量硫酸和硝酸之混合物，鉬酸銨溶液，以及下別 PO_4 量：

試 劑。 硝 酸 鈉

ГОСТ 4168—48

“化學純”樣品……………0.025mg PO₄“分析純”樣品……………0.05 mg PO₄“純”樣品……………0.05 mg PO₄13. 亞硝酸鹽(NO₂)含量之測定

一) 應用試劑及溶液:

蒸餾水。

含NO₂⁻的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

葛立斯試劑(Реактив Грисса), 按 ГОСТ 4517—48 配制。

二) 測定手續

取第五條所得之溶液, 5ml 加水稀釋到40ml, 並加入1ml 葛立斯試劑。

如試液所呈現之顏色10分鐘後, 不深於標準溶液所呈現之顏色時, 則認為樣品符合標準。標準溶液為同體積中含同量格爾斯試劑及下列NO₂量:

“化學純”樣品……………0.001mg NO₂“分析純”樣品……………0.005mg NO₂“純”樣品……………0.01 mg NO₂14. 碘酸鹽(IO₃)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

碘化鉀, ГОСТ 4232—48, 8% 的溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.11。

淀粉, 1:300 的溶液。

含IO₃⁻的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取第五條所得之溶液5ml, 加水使體積至25ml, 加入新制的淀粉液0.2ml, 不含碘酸鹽之碘化鉀溶液0.2ml, 0.6之硫酸。

如當時試液所呈現之顏色不深於標準溶液所呈現之顏色時, 則認為樣品符合標準, 標準溶液為同體積中含有同量淀粉液, 同量不含碘酸鹽之碘化鉀溶液和1g 不含碘酸鹽之硝酸鈉, 以及下列IO₃量:

“化學純”樣品……………0.005mg IO₃“分析純”樣品……………0.02 mg IO₃“純”試劑……………0.04 mg IO₃

15. 鉀(K)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

蒸餾水。

含有K⁻的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

亞硝酸鉍鈉ГОСТ 4219—48, 20% 的溶液。

二) 測定手續

取第五條所得之溶液15ml, 加入5ml 的亞硝酸鉍鈉溶液。

ГОСТ 4168—48

試 剂。 硝 酸 鈉

如試液中析出之沉淀24小时后，不超过标准溶液所析出之沉淀时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有同量亚硝酸鈉，3g不含鉀的硝酸鈉，及0.15mgK之溶液。

IV. 包装及标志

16. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为 1 或 5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4170—48
	試 剂	代替 OCT 4417
	磷酸氢鈉鈉	Л 5 1 組

磷酸氢鈉鈉为无色結晶或白色結晶粉末，溶于水。

分子式： $\text{NaNH}_2\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1949年国际原子量)——209.09

Ⅰ. 技术条件

1. 水溶液的反应必須經過第十三条之試驗。
2. 容許杂质的最大含量，以%計。

杂 質 的 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.003	0.005
(3) 硝酸盐(NO_3)	0.0005	0.001	0.002
(4) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.02	0.04
(5) 鎂(Mg)	0.001	0.001	0.003
(6) 鉄(Fe)	0.0005	0.001	0.003
(7) 硫化氢組的重金属(Pb)	0.0005	0.001	0.002
(8) 砷(As)	0.0005	0.001	0.002

Ⅱ. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

取样的总重不得少于0.5kg。

Ⅲ. 測 定 方 法

4. $\text{NaNH}_2\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

1N的盐酸溶液，按 ГОСТ 3118—46,

0.1%的甲基橙溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

秤約5g样品，秤准至0.0002g，将其溶于100ml水中，并用盐酸溶液滴定，加甲基橙3—4滴。

$\text{NaNH}_2\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 的含量百分数(X)依公式計算:

$$X = \frac{V \cdot 0.20909 \cdot 100}{G} = \frac{20.909 \cdot V}{G},$$

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年5月6日	1949年6月1日

式中：

V —— 1N的盐酸溶液在滴定所消耗的体积，以ml計；

G —— 本样品重量，以g計；

0.20909 —— 相当于1ml 1N盐酸溶液的 $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 数量，以g計。

5. 水不溶物含量之測定

取50g样品称准至0.01g，将其溶于300ml之蒸馏水中，并在水浴中加热一小时。用玻璃或瓷过滤坩锅将溶液过滤，用热蒸馏水洗涤沉淀物。在 $105^\circ \sim 110^\circ \text{C}$ 烘干至恒重。

如烘干沉淀重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………1 mg

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5 mg

6. 氯化物含量之測定(Cl)

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，0.1N溶液，ГОСТ 1277—41。

含 Cl^- 的溶液，按ГОСТ4212—48配制。

蒸馏水。

二) 測定手續

称取2g样品称准至0.01g，溶于25ml水中。用預先經热水洗过的滤紙将溶液过滤，加5ml不含 Cl^- 的硝酸，用水将溶液体积稀释到50ml，并加1ml硝酸銀之溶液。

如試液所呈现的乳色經過十分钟后不深于标准溶液所呈现的乳色时，則認為样品符合标准：标准溶液为同体积内含有同量硝酸，不含 Cl^- 硝酸的加倍量(10ml)及下列Cl量：

“化学純”样品……………0.02mgCl

“分析純”样品……………0.06mgCl

“純”样品……………0.1 mgCl

注：硝酸銀溶液要同时倒入試液和标准溶液中。

7. 硝酸盐含量之測定(NO_3)

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

氯化鈉，ГОСТ 4517—48配制。

靛蓝溶液，按ГОСТ 4517—48，1：5000。

含有硝酸銀(NO_3^-)的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸馏水。

二) 測定手續

称取2g磨細状的样品称准至0.01g，置于50~60ml洗好的錐形瓶中。将2ml氯化鈉溶液，1ml靛蓝溶液以及10ml的硫酸倒入該瓶中，仔細混勻至盐溶化为止，并在10分钟后加25ml水。

如試液所呈现的顏色深于标准溶液所呈现的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为

試 剂。 磷 酸 氢 铵 鈉

ГОСТ 4170—48

含有同量氯化鈉溶液，藍錠，硫酸溶液及下列 NO_3 的溶液：

“化学純”样品……………0.01mg NO_3 ，

“分析純”样品……………0.02mg NO_3 ，

“純”样品……………0.04mg NO_3 ，

經10分鐘后加25ml的水于溶液中。

8. 硫酸盐(SO_4)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，比重1.19，ГОСТ 3118—46。

氯化銀，10%溶液的，ГОСТ 4108—48。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取10g样品称准至0.01g，将其溶于100ml的水在200ml的杯中。加10ml不含硫酸根(SO_4^{++})的盐酸于溶液中，加热到沸騰，进行过滤，于滤液中，加5ml氯化銀溶液在水浴中加热一小时，并拿下靜止20—24小时。用瓷过滤坩堝将分出的沉淀过滤，用水洗滌直至氯离子(Cl^-)反应为止。烘干并加热至恒重。

如加热沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………1.2mg

“分析純”样品……………4.8mg

“純”样品……………9.6mg

注：如果没有不含 SO_4^{++} 盐酸存在时，应做个别試驗将其硫酸含量的結果以适当的校正。

9. 鎂(Mg)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，比重1.12，ГОСТ 3118—46。

氯化铵，“分析純”，ГОСТ 3773—47。

氨水，10%的溶液，ГОСТ 3760—47。

含鎂 Mg^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

配制不含鎂的磷酸氢铵鈉溶液，将40g样品溶于380ml水中，加8ml的盐酸和8g氯化铵，加热至沸騰，再加80ml的铵液，取下靜止18~20小时。

为配制标准溶液用吸虹法把靜止液体取出117ml透明液体然后加入所需量的 Mg^{++} 溶液，将体积稀释至122ml，加热到沸騰，再加5ml氨液。

二) 測定手續

称取10g样品称准至0.01g在200~300ml的錐瓶里，将其溶于100ml水中。

把2ml的盐酸加于溶液中，进行过滤，加2g氯化铵，加热至沸騰，以很小比例加25ml之氨液，再靜止18—20小时。

如試液所生成的沉淀不超过在含下列 Mg 量的标准溶液中所生成的沉淀时，則便認為样品符合标准：

“化学純”样品……………0.1mg Mg

“分析純”样品……………0.1mgMg

“純”样品……………0.3mgMg

10. 鐵(Fe)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

磺醴水杨酸, 10%的溶液, ГОСТ 4478—48。

含鐵离子(Fe^{+++})溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取 1g 样品, 称准至 0.01g 溶于 20ml 水中。需要时将溶液过滤, 加 2ml 磺醴水杨酸溶液, 搅拌, 加 5ml 氨液后再搅拌。同时用下列方法配制标准溶液:

于 20ml 水, 其中含有鉄:

“化学純”样品……………0.005mgFe

“分析純”样品……………0.01 mgFe

“純”样品……………0.03 mgFe

于此溶液中加入 2ml 磺醴水杨酸溶液, 搅拌, 加 5ml 氨液后再搅拌。

如試液中所呈现的乳色不深于标准溶液所呈现的乳色时, 則認為样品符合标准。

11. 重金属(Pb)含量之測定

一) 需用試劑和溶液:

冰醋酸, ГОСТ 60—40。

新配制的硫化氢水溶液, ГОСТ 4517—48。

含Pb溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取 5g 样品称准至 0.01g, 溶于 35ml 的水中。将溶液过滤, 加 5ml 不含重金属的醋酸, 10ml 的硫化氢水, 将其搅拌。

如試液所呈现之顏色 10 分钟后不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积内含有同量醋酸, 硫化氢溶液, 及下列 Pb 量:

“化学純”样品……………0.025mgPb

“分析純”样品……………0.05 mgPb

“純”样品……………0.1 mgPb

12. 砷(As)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48 比重 1.84, 1:4 的稀溶液。

二氯化錫, ГОСТ 36—40, 10% 的溶液。

无砷金属鋅, ГОСТ 989—41。

含As的溶液, 按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

溴化汞紙, 按 ГОСТ 4517—48 制备。

醋酸鉛試紙，按 ГОСТ 4517—48 制备。

二) 測定手續

將0.5g 样品称准至0.01g，置于100ml 的瓶中(參看下图)，加30ml 硫酸，20ml 水，三滴二氯化錫溶液及 5g 錳。

如溴化汞紙的顏色，經 2 小时后不深于其在同样条件下因受标准溶液作用之反应所呈现的顏色时，則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有同量硫酸，二氯化錫溶液，錳及下列As量：

- “化学純”样品.....0.0025mgAs
- “分析純”样品.....0.005mgAs
- “純”样品.....0.01mgAs

13. 水溶液反应的測定

一) 需用試劑及溶液：

- 1N 的盐酸，ГОСТ 3118—46。
- 酚酞，OCT HKTH 2857，1% 的溶液。
- 蒸餾水。

二) 測定手續

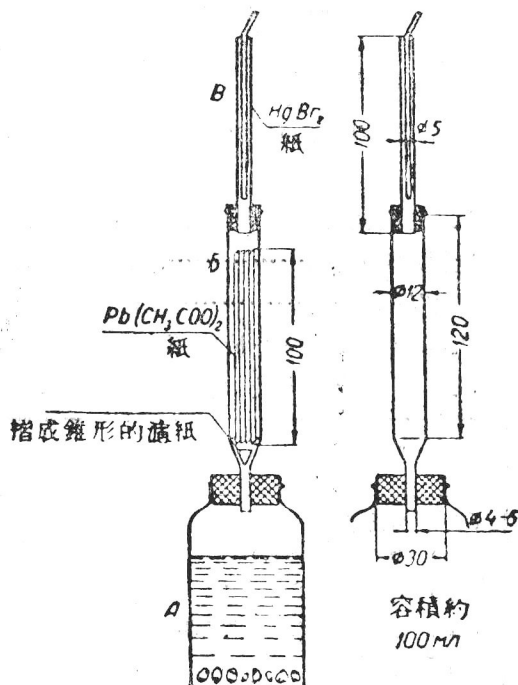
称取 3g 样品称准至 0.01 g，溶于 30ml 水中，加三滴酚酞。

如試液褪色时所消耗之量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

- “化学純”样品.....0.5ml 1N 的盐酸溶液
- “分析純”样品.....0.5ml 1N 的盐酸溶液
- “純”样品.....1ml 1N 的盐酸溶液

在发现酸性反应时，用1N 的氢氧化鈉(NaOH) 滴定至呈现粉紅顏色为止。

如氢氧化鈉所消耗之量不超过上述盐酸在硷性反应时所消耗之数量时，則認為样品符合标准。



IV. 包装及标志

14. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为 1 或 5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4169—48
	試 剂	代替 OCT 4418
	溴 化 鈉	Л 5 1 組

溴化鈉为白色晶状粉末或晶体，溶于水。

分子式：NaBr。

分子量(根据1947年国际原子量)——102.91。

工. 技术条件

1. 主要物质(NaBr)的含量，以%計，不得小于：

“分析純”样品……………98.5

“純”样品……………95

2. 溶液反应——应經第六条試驗

3. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 的 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.02
(2) 溴酸盐(BrO ₃)	0.001	0.005
(3) 硫酸盐(SO ₄)	0.002	0.01
(4) 硝酸盐, 氮等中之总氮量	0.001	0.002
(5) 鋇(Ba)	0.002	0.008
(6) 鈣(Ca)	0.002	0.01
(7) 鎂(Mg)	0.001	0.005
(8) 重金属(Pb)	0.0002	0.001
(9) 鉄(Fe)	0.0002	0.001
(10) 氯化物(Cl)	0.2	0.8
(11) 碘化物(I)	0.05	0.05

II. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品的总重不得少于0.3kg。

III. 测 定 方 法

5. 溴化鈉(NaBr)含量測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

0.1N的硝酸銀溶液，ГОСТ 1277—41。

鉄銨矾，飽和溶液，ГОСТ 4205—48。

0.1N的硫(代)氰酸銨溶液，ГОСТ 3768—47。

化学工业部提出	全苏标准委员会批准 1948年5月6日	实施日期 1949年6月1日
---------	------------------------	-------------------

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取約0.45g样品，稱准至0.0002g在100ml量瓶內，溶于25ml水中，用10ml的硝酸，使溶液酸化，加硝酸銀溶液50ml，并在盖好瓶塞后，用力搖晃至沉淀集成小块，溶液在沉淀上面成透明。而后用水使溶液体积稀至100ml，攪拌并倒掉第一层10—15ml滤液用干滤紙過濾。于50ml的滤液中加入1~2ml鉄鉍矾溶液，然而用硫氰酸鉍溶液滴定过剩的銀。

溴化鈉(NaBr)含量的百分数(X)依下式計算：

$$X = \frac{(50 - 2V) \cdot 0.010291}{G} - X_1 = \frac{1.0291 \cdot (50 - 2V)}{G} - X_1,$$

式中：

50——所用恰为0.1N过量硝酸銀之体积，以ml計；

V——恰为0.1N的硫氰酸鉍在滴定时所消耗的体积，以ml計；

G——样品的重量，以g計；

0.010291——ml恰为0.1N的硝酸銀对溴化鈉(NaBr)之当量，以g計。

对氯化物含量(X₁)校正的百分数按下式測定：

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 2.902 \cdot 100}{G_2} = \frac{290.2 \cdot G_1}{G_2},$$

式中：

G₁——相当于标准溶液中氯含量的样品中氯化物(Cl)量，以g計；(第十六条)

G₂——測定氯化物含量所取之样品重量(第十六条)，以g計；

2.902——氯化物重量換算为溴化鈉重量的系数。

6. 溶液反应的測定

一) 需用試剂及溶液：

酚酞，OCT HKTHI 2857 1%的酒精液。

甲基橙，0.1%的溶液。

不含二氧化碳(CO₂)的蒸餾水，按ГОСТ 4517—48配制。

二) 測定手續

取5g样品溶于30ml水中，并将溶液分为两半。

如第一份溶液于加入一滴酚酞溶液后，不呈硷性反应(溶液成为无色)，而該溶液在加入一滴甲基橙溶液后，不呈酸性反应时(溶液不应成玫瑰色)，則認為样品符合标准。

7. 水不溶物含量的測定

稱取20g样品，稱准至0.01g，在烧杯中使溶于150ml的蒸餾水，用表玻璃盖上，將溶液在热水浴上放置一小时，然后用玻璃过滤坩埚过滤。用100ml的热蒸餾水洗涤滤紙上之沉淀并在105—110°烘干至恒重。

如烘干沉淀的重量不超过下列数值时，即認為样品符合标准：

“分析純”样品……………1mg

“純”样品……………4mg

8. 溴酸盐(BrO₃)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

1N的硫酸溶液, ГОСТ 424-48。

2%的碘化鉀溶液, ГОСТ 4232-48。

蒸餾水。

含 CrO_3 的溶液, 按 ГОСТ 4212-48配制。

二) 測定手續

秤取 2g 样品, 秤准至 0.01g, 溶于 20ml 水中, 加入 1ml 碘化鉀溶液和 5ml 的硫酸溶液。

如所呈现的顏色过30分钟后, 不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有1ml碘化鉀溶液, 5ml酸溶液, 及下列 BrO_3 量:

“分析純”样品.....0.02mg BrO_3

“純”样品.....0.1 mg BrO_3

9. 硫酸盐(SO_4)含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

盐酸, 化学純, 比重1.12, ГОСТ 4212-46。

溴化銀, 10%的溶液, ГОСТ 4212-48。

蒸餾水。

含 SO_4^{2-} 的溶液, 按 ГОСТ 4212-48配制。

不含 SO_4^{2-} 样品要以下列方法配制。

秤取30g溴化鈉, 溶于100ml的水中, 于溶液中加入1.5ml盐酸, 6ml的氯化銀溶液, 用水使体积稀至150ml, 再靜止16—18小时。把析出的沉淀再行过滤, 取50ml 滤液以供配制每个标准溶液之用。

二) 測定手續

取10g样品, 秤准至0.01g, 溶解于50ml水中, 过滤, 然后加入0.5ml盐酸和 2ml 的氯化銀溶液。

如所呈现之乳色过30分钟后(末后10分钟观察混浊)不深标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有不带 SO_4^{2-} 的50ml溴化鈉溶液, 及下列 SO_4 量:

“分析純”样品.....0.2mg SO_4

“純”样品.....1 mg SO_4

注: 如有不含 SO_4^{2-} 的溴化鈉存在时, 取10g此溶液, 0.5ml盐酸, 2ml氯化銀溶液, 适量之水和适量的含有 SO_4^{2-} 溶液, 配制标准溶液。

10. 氮(N)含量之測定, 硝酸盐, 亚硝酸盐, 鍍盐等之总量。

一) 需用試劑与溶液:

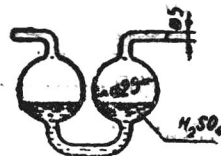
氢氧化鈉, ГОСТ 4328-48。

硫酸, ГОСТ 4204-48比重1.84, 1:3 的稀溶液。

节瓦尔德合金(Сплав Дебарда)。

蒸餾水。

含N溶液, 按 ГОСТ 4212-48配制。



試 劑。 溴 化 鈉

ГОСТ 4169—48

納氏試劑(Реактив Несслера), 按ГОСТ 4517—48配制。

标准溶液按下法配制:

于瓶中倒入150ml水, 加入60ml氢氧化鈉溶液, 1.5g 节瓦尔德合金, 瓶塞上联接含有硫酸的双球管(参看图), 定期搅拌烧瓶中的含物。三小时后, 由烧瓶中蒸餾出150ml 液体, 把蒸餾液收集到含30ml水的量筒中。搅拌液体并取60ml以配制每个标准溶液, 加适量的含氮溶液, 使溶液体积稀释到100ml, 加入2ml的納氏試劑, 并搅拌之。

二) 測定手續

称取2g 样品, 称准至0.01g, 在烧瓶内溶于50ml水中, 加入20ml氢氧化鈉, 0.5g 节瓦尔德合金, 烧瓶塞以木塞, 塞上連有盛稀 SO_4 的双球管。定期振荡瓶中的液体, 过三小时蒸餾出50ml液体, 将蒸餾液收集到容有50ml水的量筒中, 于此溶液(100ml)中, 加工ml的納氏試劑, 并搅拌之。如試液所呈现的颜色不深于标准溶液所呈现的颜色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积内含有下列N量:

“化析純”样品……………0.02mg N

“純”样品……………0.04mg N

11. 銀(Ba)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.11。

蒸餾水。

含 Ba^{++} 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

不含 Ba^{++} 的样品以下法配制。将15g现成的溴化鈉溶于60ml的水中, 加入3ml的硫酸, 使溶液体积稀释至75ml, 并靜置18~20小时。把析出的沉淀过滤, 再取每25ml 滤液配成每个标准溶液。

二) 測定手續

称取5g样品, 称准至0.01g, 溶于25ml水中, 将溶液过滤, 加1ml的硫酸, 使溶液体积稀释到30ml。

如所生成的沉淀一小时后不超过标准溶液所生成的沉淀时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积内含有25ml Ba^{++} 的溴化鈉及下列Ba量:

“分析純”样品……………0.1mg Ba

“純”样品……………0.4mg Ba

注: 如有不含 Ba^{++} 的溴化鈉存在时, 則取5g样品, 1ml硫酸, 适量的水和含有 Ba^{++} 的适量溶液, 以制标准溶液。

12. 鈣(Ca)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

溴化鉍, ГОСТ 3773—47。

氨水, 按 ГОСТ 3760—47, 10%的溶液。

草酸鉍, OCT 2758, 飽和溶液。

蒸餾水。

含 Ca^{++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48配制。

不含鈣(Ca^{++})样品以下法配制：將15g現成的溴化鈉溶于60ml的水中，加1.5g溴化鉍，3ml氨液，3ml草酸鉍溶液，使溶液体积稀釋到75ml，加热至沸騰，并靜置3小时。把析出的沉淀再行过滤，取25ml的滤液配制每个标准溶液。

二) 測定手續

称取5g样品称准至0.01g，溶于30ml的水中。把溶液过滤，加0.5g的氯化鉍，1ml草酸鉍溶液，1ml氨溶液并加热至沸騰。

如所成沉淀經30分钟后不超过标准溶液所生成的沉淀时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含有25ml不含 Ca^{++} 溴化鈉及含有鈣量：

“分析純”样品……………0.1mg Ca

“純”样品……………0.5mg Ca

經過3小时后，再使草酸鈣沉淀过滤并保存滤液以供定鎂之用。

注：如有不含 Ca^{++} 的溴化鈉存在时，則取5g样品，0.5g溴化鈉，1ml草酸鉍的饱和溶液，1ml的氨液，适量的水和含有 Ca^{++} 的溶液，以为配制标准溶液。

13. 鎂(Mg)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

氯化鉍，ГОСТ 5773—47。

氨水，10%的溶液，ГОСТ 3760—47。

草酸鉍的饱和溶液，ГОСТ 2758。

磷酸氢二鈉，10%的溶液，ГОСТ 3772—47。

蒸餾水。

含 Mg^{++} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

不含 Ca^{++} 的样品，按下法配制。

取15g現成的溴化鈉，溶于60ml的水中，加1.5g氯化鉍，15ml的氨液，3ml的草酸鉍溶液，6ml的磷酸鉍溶液，將溶液体积稀釋至90ml，加热至沸騰；并靜置18~20小时。使析出的沉淀过滤，并取30ml的滤液以配制每份标准溶液。

二) 測定手續

在定鈣之后于所剩下的滤液中（見第12条）加入4ml的氨液，2ml的磷酸鉍溶液，并靜置18~20小时。

如析出的沉淀不超过标准溶液所析出的沉淀时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积中含有30ml不带 Ca^{++} 及 Mg^{++} 之溴化鈉及下列Mg量：

“分析純”样品……………0.05mg Mg

“純”样品……………0.25mg Mg

过18~20小时之后进行比较。

注：如有不含 Ca^{++} 和 Mg^{++} 的溴化鈉存在时，則取5g样品，0.5g氯化鉍，5ml的氨液，1ml草酸鉍的饱和溶液，2ml的磷酸鉍溶液，适量的水和含 Mg^{++} 的溶液。

14. 重金属(Pb)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

試 劑。 溴 化 鈉

ГОСТ 4169—48

新配制的硫化氫水，按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 的溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

稱取 10g 样品，稱准至 0.01g，溶于 40ml 的水中，加 0.5ml 醋酸和 10ml 的硫化氫水。

如所呈顏色過 10 分鐘後不深於標準溶液所呈現的顏色時，則認為样品符合標準，標準溶液為同體積內含有 0.5ml 醋酸和 10ml 硫化氫水溶液以及下列 Pb 量：

“分析純”样品……………0.02mg Pb

“純”样品……………0.1 mg Pb

15. 鐵(Fe)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

磺醯水楊酸，10% 的溶液，ГОСТ 4478—48。

氨水，10% 的溶液，ГОСТ 3760—47。

蒸餾水。

含 Fe^{++} 的溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

稱取 5g 样品稱准至 0.01g，溶解於 2ml 水中，加 20ml 磺醯水楊酸，攪拌之，加入 3ml 的氨液，重新攪拌之。

如試液所呈現的顏色不深於用下法所配制溶液的顏色時，則認為样品符合標準，20ml 水中有：

“分析純”样品……………0.01mg Fe

“純”样品……………0.05mg Fe

於此溶液中加入 2ml 磺醯水楊酸溶液，攪拌，加入 3ml 氨溶液，再重新攪拌之。

16. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

5% 的溶液 ГОСТ 435—41。

硫酸，比重 1.84，1:1 的稀溶液，ГОСТ 4204—48。

丙酮，ГОСТ 2603—44。

高錳酸鉀，5% 的溶液，ГОСТ 4527—483。

过氧化氫，3% 的溶液，ГОСТ 177—41。

硝酸銀，0.1N 的溶液，ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

含 Cl^- 的溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

稱取 2.5g 样品稱准至 0.01g 在 100ml 的量瓶內溶解於水中，用水使體積稀釋至 100ml。以 10ml 此溶液放於 250ml 錐形燒瓶中，加入 30ml 水，20ml 硫酸錳溶液，15ml 的硫酸溶液 (1:1)，和 15ml 丙酮，並在不斷用力攪拌下，由滴量管加入少量高錳酸鉀溶液，每次加入 0.2~0.3ml，一小時內至紫色不消失為止；然後繼續加入溶液，每分鐘加入 0.2~0.3ml，至因此時析出

的过氧化氢生成混浊为止，而后于不断振荡下再加入高锰酸钾溶液（每两分钟按0.5ml量加之）。

在高锰酸钾溶液加入完毕后，再继续振荡试液3~4分钟，然后加入2ml的过氧化氢溶液并搅混至沉淀溶解，用水将溶液体积稀至200ml，静置到配成标准溶液。标准溶液按下法配成：将溶液放入250ml的四个锥形瓶中，而溶液中含有氯(Cl⁻)量：

第一瓶为……………0.5mg

第二瓶为……………1 mg

第三瓶为……………1.5mg

第四瓶为……………2 mg

然后于每个瓶中都加入：20ml硫酸锰溶液，15ml硫酸(1:1)溶液，15ml丙酮和高锰酸钾溶液，其量与为试验溶液所消耗者相等。

搅混烧瓶中之溶液，于每瓶中，加入2ml过氧化氢溶液。加水使每个溶液之体积稀至200ml，再搅混之。于试溶液与标准溶液中都加入2ml的硝酸银溶液，搅混5分钟后比较试验溶液与标准溶液之乳色。

如试液所呈现的乳色不深于标准溶液所呈现的乳色时，则认为样品符合标准，标准溶液含有Cl量：

“分析纯”样品……………0.5mg Cl

“纯”样品……………2 mg Cl

注：1. 为准确测定样品中氯化物含量之校正数，(X₁)，所配制的标准溶液要含有0.25和1mgCl⁻。以校正数(X₁)作为主要物质含量测定之结果(参看第5条)。

2. 测定时所采用之硫酸锰溶液和高锰酸钾溶液应经如下的试验：于250ml的锥形瓶中放入20ml硫酸锰溶液，加入20ml的高锰酸钾溶液，15ml硫酸(1:1)溶液，搅拌并滴加过氧化氢溶液至溶液无色，加水使体积稀至200ml，再加入1ml硝酸银溶液。过5分钟后所显出的混浊度不应超过于同体积中含有15ml硫酸(1:1)溶液，1ml硝酸银溶液和0.06mgI₂的溶液之乳色。

3. 测定时所应用之丙酮应经如下之试验：于20ml水中加入15ml硫酸溶液，15ml丙酮和20ml高锰酸钾溶液，搅混，而后滴加过氧化氢溶液至析出的沉淀溶解和溶液完全褪色为止，加水使溶液体积稀至200ml，加入1ml硝酸银溶液。使所得到的乳色和以同法配制而不含丙酮之等体积溶液之乳色相比较。两个溶液之间不得有差别。

4. 氯化物之测定要优良的毒气橱中进行。

17. 碘化物(I)含量之测定

一) 需用试剂及溶液：

硝酸钾，ГОСТ 4144—48，1%的溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，0.2N的溶液。

苯。——试剂。

三氯甲烷，ГОСТ 3160—46。

蒸馏水。

含有I⁻的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

二) 测定手续

取1g样品，称准至0.01g，放于带有磨口塞25ml的量筒中，并以20ml水溶解，加入0.2ml硝酸钾溶液，1ml硫酸溶液和5ml苯或三氯甲烷之溶液，很好搅混。

如試液苯层或三氯甲烷层所呈现之顏色，过1~2分钟，不深于标准溶液苯层或三氯甲烷所呈现的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积中含有0.2ml 硝酸鉀溶液，1ml 硫酸溶液，5ml 或三氯甲烷溶液以及含有碘量：

“分析純”样品……………0.5mg I

“純”样品……………0.5mg I

IV. 包装及标志

18. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3875—47 进行之。包装形式为 1 或 6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4782—49
	試 剂	
	鉍 酸 鈉 (碳 酸 鉍 鈉)	Л 5 1 組

碳酸鉍鈉(鉍酸鈉)沒有固定不变的化学組成, 为浅黄色或褐色的无定形粉末; 稍吸水, 溶于冷水, 以热水分解比加酸更快, 当保存时氧便失掉。

主要組成部分的分子式: $\text{NaBiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

工. 技 术 条 件

1. 活性氧的含量, 換算成 $\text{NaBiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 不得少于85%。
2. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂 质 名 称	“分 析 純”
(1) 氯化物(Cl)	0.002
(2) 錳(Mn)	0.001
(3) 可溶解的过氧化物	必須經第六條試驗

II. 取 样

3. 按ГОСТ 3885—47进行。

所取样品的总重不得少于0.3kg。

III. 测 定 方 法

4. 活性氧含量的測定, 以鉍酸鈉換算之。

一) 需用試剂及溶液:

硫酸亞鐵, 按ГОСТ 4517—48配制。

0.1N的高錳酸鉀溶液, 按ГОСТ 4527—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取約0.7g样品稱准至0.0002g, 置于帶磨口塞的錐形瓶中, 加25ml的硫酸亞鐵溶液蓋好塞子, 在不断振蕩下置半小時, 然后用高錳酸鉀溶液滴回過量的硫酸亞鐵。

活性氧的含量依下式換算成鉍酸鈉的百分數(X):

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0.0158 \cdot 100}{G} = \frac{1.58 \cdot (V_1 - V)}{G}$$

式中:

V_1 ——在滴定 25ml 的硫酸亞鐵溶液時所用恰為 0.1N 之高錳酸鉀溶液之體積, 以ml 計;

化学工业部提出

全苏标准委員會批准

实 施 日 期

1949年4月2日

1949年7月1日

V ——在滴定過量的硫酸亞鐵溶液時所用恰為0.1N之高錳酸鉀溶液之體積，以ml計。

G ——樣品的重量以g計；

0.0158 ——相當於1ml恰為0.1N高錳酸鉀溶液的 $\text{NaBiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 之量，以g計。

5. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

0.1N的硝酸銀溶液，ГОСТ 1277—41。

含 Cl^- 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

於25ml的水中加入2g樣品，稱准至0.01g，將混合物加熱混合液到沸騰，煮開10分鐘再冷卻。把2ml的硝酸加到冷卻的溶液中，使溶液體積稀釋到50ml，攪拌並用預先三次用熱水洗好濾紙過濾。把1ml的硝酸銀溶液加到25ml的濾液中。

如所呈現的乳色10分鐘後不深於標準溶液所呈現的乳色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積內含有1ml硝酸，1ml硝酸銀溶液和0.02mgCl的溶液。

6. 被溶解氧化物含量之測定

一) 需用試劑和溶液：

碘化鉀，ГОСТ 4232—48，

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

0.5%的沉淀溶液。

0.1N硫代硫酸鈉的溶液，ГОСТ 4215—48。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取樣品3g，稱准至0.01g，加30ml水，煮沸5分鐘並用濾紙過濾。冷卻後於20ml的濾液中加入1g碘化鉀和1ml鹽酸，最後加入2ml的淀粉溶液。

如不呈現有藍色或所呈現之藍色因加入0.05ml的硫代硫酸鈉溶液而消失時，則認為樣品符合標準。

7. 錳(Mn)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

過硫酸銨，ГОСТ 3766—47，20%的新配溶液。

0.1%的硝酸銀溶液，ГОСТ 1277—41。

含 Mn^{++} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

加高錳酸鉀蒸餾的蒸餾水。

二) 測定手續

取本樣品1g稱准至0.01g，置於瓷蒸發皿中，加15ml硝酸並在水浴中蒸干。

在烘箱中使沉淀物烘乾並用由4ml的硝酸和5ml的水所組成的混合液溶解之，把溶液移

入試管中并用3ml水洗滌燒杯。于試管的溶液中加入1ml的硝酸銀溶液并置80~90°C的水浴上加热5分鐘。

如試液所呈現的顏色不深于其同時配制的標準溶液之顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積內含有1ml的過硫酸銨，1ml硝酸銀溶液，4ml硝酸和0.1mg的錳的溶液。

IV. 包裝及標志

8. 樣品之包裝及標志按ГОСТ 3885—47進行之，包裝形式為6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4201—48
	試 剂	代 替 OCT HKTH 7379/533
	碳 酸 氫 鈉	Л 5 1 組

碳酸氢鈉为白色結晶粉末，溶于水。

分子式： NaHCO_3 。

分子量(根据1947年国际原子量)——84.20。

Ⅰ. 技 术 条 件

1. NaHCO_3 的百分含量不得少于：

“化学純”样品……………98.5

“分析純”样品……………98.5

2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01	0.02
(2) 氯化物和氯酸盐(Cl)	0.002	0.005	0.01
(3) 硫酸盐, 硫化物硫代硫酸盐, 硫化物的硫酸(SO_4)总量	0.005	0.005	0.01
(4) 硝酸, 亚硝酸盐, 氨等的含氮, (N) 的总重	0.0005	0.001	0.002
(5) 磷酸(PO_4)	0.001	0.002	0.005
(6) 氨所沉淀之矽酸	0.005	0.01	0.05
(7) 鈣和鎂 ($\text{CaO} + \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_{17}$)	0.005	0.01	0.02
(8) 硫化氢組(Pb)重金属	0.0005	0.001	0.002
(9) 鉄(Fe)	0.0005	0.001	0.002
(10) 鉀(K)	0.01	0.02	0.04

Ⅱ. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47进行之。

所取試样的总量不少于 0.4kg。

Ⅲ. 测 定 方 法

4. NaHCO_3 含量的測定

称取約2g样品，称准至0.0002g在硫酸上烘干，并置于秤好的白金坩堝內，放在沙浴上，註外部的砂子水平不低于坩堝中样品的水平，(把溫度計放入砂中靠近坩堝)。并逐漸加热到270—300°C。灼热至恒重。

NaHCO_3 含量的百分数(X)按下式計算：

化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年6月8日	1949年6月1日

$$X = \frac{(G_2 - G) 2.7097 \cdot 100}{(G_2 - G_1)} = \frac{270.97 \cdot (G_2 - G)}{(G_2 - G_1)},$$

式中：

G——坩堝与烧过残渣的重量，以g計；

G₁——坩堝重量，以g計；

G₂——盛装样品坩堝的重量，以g計；

2.7097——計算NaHCO₃量損失的系数，以g計。

5. 水不溶物含量的測定

取30g样品称准至0.01g，加热溶解于360ml的蒸餾水中。把所得到的溶液在热水浴中放一小时，用經热蒸餾水洗淨的瓷玻璃坩堝过滤，并在105—110°C 烘干至恒重。

如烘干沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………1.5mg

“分析純”样品……………3 mg

“純”样品……………6 mg

6. 氯化物和氯酸盐(Cl)含量的測定

一)需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，“化学純”，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N的溶液。

含Cl⁻的溶液，按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二)測定手續

取1g样品称准至0.01g，在灼热成赭色的坩堝中加热 15 分钟。以40ml 的水溶解所得之沉淀，以石蕊試紙为指示剂用硝酸中和之，通过經热水仔細洗好的滤紙过滤，2ml 同样硝酸和1ml 的硝酸銀溶液。

如果溶液所呈现之乳色过10分钟，不深于标准溶液所呈现的乳色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积中含有同量硝酸，硝酸銀及下列Cl量：

“化学純”样品……………0.02mg Cl

“分析純”样品……………0.05mg Cl

“純”样品……………0.1 mg Cl

7. 硫酸(SO₄)含量之測定

一)需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重 1.12。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10% 的溶液。

溴的飽和水溶液，ГОСТ 4109—48，(溴水)。

蒸餾水。

二)測定手續

将10g样品，称准至0.01g，溶解于150ml的水中。加0.25ml 的溴水于溶液中，煮开几分钟，以石蕊試紙为指示剂，在冷却之后，用盐酸中和，加入过量酸 1ml，加热至溴跡去掉，

再過濾。將濾液加熱至沸騰，加5ml的氯化銀溶液，靜置12~18小時。用瓷過濾坩堝將液體過濾，用水洗滌沉淀至無 Cl^- 反應為止，烘乾再加熱至恆重。

如被加熱沉淀的重量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準：

“化學純”樣品……………1.2mg

“分析純”樣品……………1.2mg

“純”樣品……………2.4mg

8. 總氮(N)量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84，1:3稀溶液。

氫氧化鈉，ГОСТ 4328—48，20%的溶液或

氫氧化鉀，ГОСТ 4203—48，20%的溶液。

節瓦爾德合金(сплав Дебарда)。

納氏試劑，按ГОСТ 4517—48配制。

含氮(N)溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

依下列方法配制標準溶液：于燒瓶中倒入200ml水，加入80ml氫氧化鈉或氫氧化鉀溶液和2g節瓦爾德合金，用塞子塞上，塞上聯以雙球管，(參看下图)管中盛有硫酸。定時振蕩燒瓶內容物。三小時後，將燒瓶中液體蒸餾出200ml，收集到裝有40ml水的量筒中。混勻後，由量筒中取出60ml液體，加入適當量的含氮溶液加水至100ml，再加入2ml納氏試劑。

二) 測定手續

以50ml水，在200ml量瓶內溶解3g樣品，稱准至0.01g，加入20ml的氫氧化鈉或氫氧化鉀溶液，0.5g的節瓦爾德合金，用塞子將瓶塞好，塞上插聯裝有硫酸雙球管。定期振蕩瓶中含物。過三小時由燒瓶中蒸出液體50ml，將蒸餾液收集到裝50ml水的量筒中。加2ml納氏試劑于所得之溶液中(100ml)，攪拌之。

如試所呈現之顏色不深于標準溶液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積內含有下列氮量之溶液：

“化學純”樣品……………0.015mg N

“分析純”樣品……………0.03 mg N

“純”樣品……………0.06 mg N

9. 磷酸(PO_4)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

硝酸，ГОСТ 4461—48，1.15。

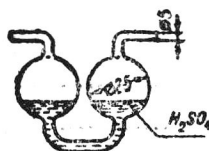
硝酸鈉，ГОСТ 4168—48。

蒸餾水。

硫酸與硝酸之混合酸，按ГОСТ 4517—48配制。

鉍酸鈉溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

含 PO_4^{3-} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。



不含 PO_4^{3-} 的溶液配法如下：取10g样品，溶于30ml水中，加入10ml 硫酸和硝酸的混合酸，50ml 鉬酸鉍溶液，稀释至100ml。3小时后，用滤紙傾泻溶液。取20ml 所得滤液配制每分标准溶液。

二) 測定手續：

取2g样品，称准至0.01g，溶于30ml水中。用硝酸中和溶液（以石蕊为指示剂），多加1ml后蒸发至干。所得沉淀溶于10ml水中，过滤，加入2ml硫酸与硝酸的混合酸，10ml 鉬酸鉍溶液，然后用水稀释至25ml，在50°C下加热一小时。

如所生成的沉淀不超过标准溶液之沉淀时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含有20ml 硝酸鉍溶液（不含 PO_4^{3-} ）及：

“化学純”样品……………0.02mg PO_4

“分析純”样品……………0.04mg PO_4

“純”样品……………0.1 mg PO_4

注： 如有硝酸鉍存在时，（不含 PO_4^{3-} ），則配制标准溶液取2g样品，2ml硫酸与硝酸的混合酸，10ml 鉬酸鉍溶液，相当量之水，和含有 PO_4^{3-} 溶液。

10. 矽酸及氨沉淀物的測定

一) 需用試剂和溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，1:2 的稀溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

甲基紅，OCT HKTH 2856，0.2% 的酒精溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10% 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

将20g样品准确0.01g，加热溶解于150ml的水中。溶液冷却后，加入45ml的硝酸，开始放在水浴上蒸发，然后放在砂浴上，最后放在火焰上蒸发至赶走硫酸白烟为止。冷却之后，以100ml的水溶解沉淀，加入1ml的硝酸，煮沸数分钟。于溶液中加入1—2滴甲基紅溶液和氨液至呈清楚的硷性反应为止。

将液体加热至沸騰，在水浴上置30分钟，洗滌沉淀，再加热至恒重。

如加热沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品…………… 1mg

“分析純”样品…………… 2mg

“純”样品……………10mg

注： 保存加热的沉淀，按第十三条方法測定鉄。

11. 鈣和鎂含量 ($\text{CaO} + \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$) 的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

氯化鉍，ГОСТ 3773—47。

氨水，ГОСТ 3760—47，10% 的溶液。

試 剂。 碳 酸 氢 鈉

ГОСТ 4201—48

草酸鈉, OCT 2758, 4%的溶液。

磷酸氢二鈉, ГОСТ 3772—47, 10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取10g样品, 秤准至0.01g, 以100ml水溶解之。用盐酸中和, (用石蕊試紙指示), 注入0.5ml硝酸, 加热至沸, 加0.5g氯化鈉及氨水至呈硷性反应。过30分钟后, 过滤, 并于滤液中加入草酸鈉溶液5ml及磷酸氢二鈉溶液2ml。經12—18小时, 滤过析出之沉淀, 用含有草酸0.5%及氨2.5%的水洗净, 至无 Cl^- 反应, 并灼至恒重。

若灼烧沉淀的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品不超过……………0.5mg

“分析純”样品 “ ” “ ” ……………1 mg

“純”样品 “ ” “ ” ……………2 mg

12. 硫化氢組重金属(Pb)含量之測定

一) 需用试剂及溶液:

块酸, ГОСТ 3118—46, “化学純”, 比重1.12。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

醋酸钠, ГОСТ 199—31, 10%的溶液。

硫化氢水, 按ГОСТ 4517—48配制, 新配制的。

含 Pb^{++} 溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品5g, 秤准至0.01g, 并溶于70ml水中。用不含重金属之块酸将近中和溶液(用石蕊試紙指示), 过滤, 并于微硷性滤液中, 注入醋酸1ml醋酸钠溶液1ml及硫化氢水20ml。

如試液所呈现之顏色經10分钟不深于标准溶液所呈现之顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有同量醋酸钠、醋酸、硫化氢水及下列Pb量;

“化学純”样品……………0.025mg Pb

“分析純”样品……………0.05 mg Pb

“純”样品……………0.1 mg Pb

13. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用试剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84, 稀释成1:3及当量溶液。

磺酳水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10%的溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%的溶液。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液, 按ГОСТ 4212—58配制。

二) 測定手續

灼烧由第10条所得之残渣, 用(1:3)硫酸5ml于同一坩埚内处理, 当加热时, 起初一小时内于水溶上, 然后沙溶上直至硫酸烟出现, 冷却后, 用水稀释残渣, 过滤并由洗净滤紙

上，將濾液及洗液洗入100ml之量瓶內，並用水稀釋至100ml。

置溶液10ml于錐瓶中，加水10ml及磺醴水楊酸溶液2ml。攪拌瓶內之物，加氨水5.5ml，再攪拌。

如試液所呈現之顏色不深于按下法配制溶液之顏色時，則認為樣品符合標準。

20ml溶液其中含有硫酸4N溶液0.5ml及下列Fe量：

“化學純”樣品……………0.01mg Fe

“分析純”樣品……………0.02mg Fe

“純”樣品……………0.04mg Fe

于此溶液中加入20ml 磺醴水楊酸，攪拌瓶內之含物，加氨水5.5ml，再攪拌之。

14. 鉀(K)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

鈷亞硝酸鈉，ГОСТ 4219—48，20%的溶液。

含K⁺溶液，按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

不含K⁺的氯化鈉，按照下法配制：取現成樣品8g溶于52ml水中，加鈷亞硝酸鈉溶液20ml，并靜置24小時，濾過析出之沉淀，同時為標準溶液之配制取濾液18ml。

二) 測定手續

取樣品3g，稱准至0.01g，并溶于40ml 水中。以塊酸中和溶液，于水浴上蒸干，溶殘渣于15ml水中，過濾，并加鈷亞硝酸鈉溶液5ml。

如所生成之沉淀24小時后不超過標準溶液所生成的沉淀時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積中含有不含K⁺之氯化鈉溶液18ml 及下列K量：

“化學純”樣品……………0.3mg K

“分析純”樣品……………0.6mg K

“純”樣品……………1.2mg K

注： 如果有不含K⁺之氯化鈉存在時，則為配制標準溶液，可取樣品2g、亞硝酸鈷溶液5ml、適量的水及含K⁺溶液。

IV. 包 裝 及 標 志

15. 樣品之包裝及標志按ГОСТ 3885—47 進行之。包裝形式為1或5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4237—48
	試 剂	代替 OCT 10540—39
	重 鉻 酸 鈉	Л 5 1 組

重鉻酸鈉为吸水晶体或暗黃紅色顆粒。

分子式: $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——298.05。

工. 技术条件

1. $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量不得小于99%。
2. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂质名称	“分析純”	“純”
(1) 水不溶物	0.003	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.005	0.02
(3) 硫酸块(SO_4)	0.025	0.05
(4) 氨沉淀物(Al, Fe, Cr, 及其他)	0.01	0.025
(5) 鈣(Ca)	0.01	0.02

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。
- 取样的重不得少于0.5Kg。

III. 測定方法

4. $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

碘化鉀, ГОСТ 4232—48。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重 1.11。

硫代硫酸鈉, ГОСТ 4215—48, 0.1N 溶液。

淀粉, 0.5% 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

于已知重量帶磨口蓋之量瓶內, 放入样品約 8g 稱准至 0.0002g, 溶于水中, 將溶液移入 1000ml 之量瓶內, 并以水稀釋至刻度。將所得溶液 25ml 倒入 400—500ml 錐瓶中, 加不含碘酸塊之碘化鉀 2g 及硫酸 20ml。過 10 分鐘后, 加水 250—300ml 于溶液中, 并用硫代硫酸鈉溶液滴定, 至近終点時加淀粉溶液 3ml。

$\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量之百分数(X) 按下式計算:

苏联化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年6月30日	1949年6月1日

$$X = \frac{V \cdot 0.0049675 \cdot 1000 \cdot 100}{G \cdot 25} = \frac{19.87 \cdot V}{G}$$

式中：

V——硫代硫酸鈉0.1N溶液用于滴定时之体积，以ml計；

G——样品之重量，以g計；

0.0049675——硫代硫酸鈉0.1N溶液1ml实际相当于 $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的数量。

注：如碘化鉀含有碘酸根时，則將其結果加以适当之校正。

5. 水不溶物含量之測定

取50g样品称准至0.01g，溶于200ml热蒸餾水中。用表皿 盖上烧杯，置水浴上加热1小时，然后以玻璃或瓷滤坩过滤之

以热蒸餾水洗淨滤紙上之残渣，并在105—110°C烘干至恒重。

将滤液及第一次洗液移入250ml之量瓶内，以水稀释至刻度，将其保存以为下面测定之用，（见第7和8条）——溶液1。

如烘干残渣之重量：不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………1.5mg

“純”样品……………5mg

6. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—58，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 溶液。

蒸餾水。

含Cl⁻溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

不含Cl⁻試剂，用下法配制：取10g样品，溶于150ml水中，加硝酸100ml，加热溶液至50°C，加入10ml 硝酸銀溶液，并放置2—3天。

取放置之清液26ml 以配制标准溶液。

二) 測定手續

取1g样品称准至0.01g，并溶于20ml水中，于溶液中注入硝酸10ml，加热至50°C，同时加硝酸銀溶液1ml。

如所生成之混浊10分钟后不大于标准溶液所生成的混浊时，則認為样品符合标准，标准溶液为同容积内含有不含Cl⁻之重鉻酸鈉溶液26ml及下列Cl⁻量：

“分析純”样品……………0.05mgCl

“純”样品……………0.2mgCl

7. 硫酸盐(SO₄)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

工业用合成的甲醛液，ГОСТ 1625—45，30% 的溶液。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10% 的溶液。

蒸餾水。

試 劑。 重 鉻 酸 鈉

ГОСТ 4237—48

二) 測定手續

于50ml溶液1(見第5項)中,注入醋酸40ml及甲醛液40ml。于沸水浴上加熱2—3小时,然后过滤,以水稀释使滤液至250—300ml,并加氯化鋇溶液5ml。过18—20小时后,于瓷坩堝上滤过析出之沉淀,用水洗净沉淀并灼至恒重。

若灼烧残渣的重量,不超过下列数值时,則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………6mg

“純”样品……………12mg

8. 氮沉淀物含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

不含二氧化碳(CO_2)的氨水,ГОСТ 4517—48, 10%的溶液。

蒸餾水。

含 Al^{+++} 溶液,按ГОСТ 4212—48配制。

不含氮沉淀物之試剂,用下法配制。

取20g样品溶于172ml水中,注入氨水28ml,并加热至沸,过18—20小时后,滤出溶液。

取所得之滤液50ml,配制标准溶液。

二) 測定手續

用水将溶液1(見第5条)稀释至50ml加入氨水7ml,置沸水浴上加熱至沸,并保持30分钟。

如所生成之混浊不超过标准溶液所生成的混浊时,則認為样品符合标准,标准溶液为同体积中,含有不含氮沉淀物之重鉻酸鈉溶液50ml及下列Al量:

“分析純”样品……………0.5mgAl

“純”样品……………1.25mgAl

注:貯被試驗溶液于严閉之量瓶內,放置18—20小时,然后过滤并用滤液作鈣之測定。

9. 鈣(Ca)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

草酸鋅, OCT 275 8, 飽和溶液。

氨水,ГОСТ 3760—47, 10%的溶液。

蒸餾水。

含 Ca^{++} 溶液,按ГОСТ 4212—48配制。

不含 Ca^{++} 試剂,用下法配制:

取20g样品溶于182ml水中,加氨水28ml。飽和草酸鋅溶液8ml,将此混合液加热至沸,过18—20小时后,滤出混合物。

取所得之滤液54.5ml配制标准溶液。

二) 測定手續

于測定氮沉淀物之滤液中(見第8条)加入草酸鋅溶液2ml,氨水2ml,并加热至沸。

如飽和之沉淀經1小时不多于标准溶液的沉淀时,則認為样品符合标准,标准溶液为同体积中含有不含 Ca^{++} 之重鉻酸鈉溶液54.5ml,氨水2ml,及下列Ca量:

“化学純”样品……………0.5mgCa

“純” 样品.....1mgCa

IV. 包 装 及 标 志

10. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为1或6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4239—48
	試 剂	替換 OCT 10154—39
	矽 酸 鈉	Л 5 1 組

矽酸鈉为白色結晶溶于水。

分子式： $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—284.20

工. 技 术 条 件

1. Na_2O 含量, 以%計:

“分析純”样品……………19.3—22.8

“純”样品……………18.7—23.4

2. Na_2O 写 SiO_2 含量之比:

“分析純”样品…………… 1.03 ± 0.03

“純”样品…………… 1.03 ± 0.06

3. 容許杂质的最大含量, 以%計:

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 氯化物(Cl)	0.01	0.02
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.01	0.02
(3) 硫化氢組的重金属(Pb)	0.001	0.002
(4) 三价金属的氧化物($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)	0.05	0.1

4. 碳酸——应符合于13条的試驗。

5. 溶解度——应符合于14条的試驗。

II. 取 样

6. 取样应按ГОСТ 3885—47 进行之。

取样的总量应不少于 0.2kg。

III. 測 定 方 法

7. Na_2O 含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 0.1N 溶液。

甲基橙, 0.1% 水溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品 0.5g, 称准至 0.0002, 溶解于 50ml 水中。溶液以盐酸滴定, 以甲基橙为指示剂 Na_2O 含量的百分数 (X_1) 按下列計算:

苏联化学工业部提出	全 苏 标 准 委 員 会 批 准	实 施 日 期
	1 9 4 8 年 6 月 30 日	1 9 4 9 年 6 月 1 日

$$X_1 = \frac{V \cdot 0.0031 \cdot 100}{G} = \frac{0.31V}{G},$$

式中:

V——滴定时所消耗的恰为0.1N盐酸溶液,以ml計;

G——样品重量,以g計;

0.0031——相当于1ml恰为0.1N盐酸溶液的 Na_2O 量,以g計。

8. SiO_2 含量的測定

一) 需用試剂:

盐酸,ГОСТ 3118-46,比重1.12和比重1.19。

蒸餾水。

二) 測定手續

取的样品2g称准至0.0002g,溶于100ml水中,加入10ml 盐酸(比重1.12)于水浴上蒸发至干。

将干燥沉淀以3ml盐酸(比重1.19)潤湿,置水浴上10分钟,加入50ml 热水,将液体过滤,以热水洗滌滤紙上的沉淀至无 Cl^- 反应: 保存滤紙与沉淀。

将滤液与洗液发至干。置沉淀于开水浴上1—2小时,以盐酸2ml 潤湿之,过5—10分钟后,加入热水25ml。以小快滤紙 过滤之,沉淀以热水洗滌至无 Cl^- 反应。

滤液和洗滌保存,以备三价金属的氧化物的測定之用(見第12条)——溶液 1。

滤紙同沉淀二者均移入白金坩堝,小心地加热至沉淀尚未烘干,而滤紙已被灰化(不燒着)。以盖子半盖坩堝,然后逐渐加强火力至全部 碳 燃尽为止;然后,完全盖好坩堝,将其内容物灼热至恒重。

SiO_2 含量的百分数(X_2) 依下式計算:

$$X_2 = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

式中:

G_1 ——灼热沉淀的重量,以g計;

G ——样品的重量,以g計。

9. 氯化物(Cl^-)含量的測定

一) 需用試剂和溶液:

硝酸,ГОСТ 4461-48,比重 1.15。

硝酸盐,ГОСТ 1277-41,0.1N溶液。

蒸餾水。

含 Cl^- 的溶液,按ГОСТ 4212-48 配制。

二) 測定手續

取样品0.5g称准至0.01g,溶于40ml 水中。于溶液中加入硝酸2ml,用热水洗淨的滤紙过滤,然后于滤液中加入硝酸銀溶液 1ml。

如所呈现的乳色 5 分钟后不深于标准溶液所呈现的乳色时,則認為样品符合标准,标准溶液为同体积中含有同量硝酸,硝酸銀及下列 Cl^- 量:

試 劑。 矽 酸 鈉

ГОСТ 4239—48

“分析純”样品……………0.05 mgCl

“純”样品……………0.1mg Cl

10. 硫酸盐(SO_4)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10% 的溶液。

蒸餾水。

含 SO_4^{2-} 的溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

取样品0.5g秤准至0.01g溶于100ml水中。溶液过滤之, 于滤液中小心地滴加盐酸至刚呈酸性(用石蕊試紙)再加入同样的酸1ml及氯化銀2ml。

如所呈现的乳色半小时后不深于标准溶液所呈现的乳色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有盐酸1ml氯化銀溶液2ml及硫酸量:

“分析純”样品……………0.5mg SO_4 “純”样品……………1mg SO_4

11. 硫化氢組重金属(Pb)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水, 按ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

取5g样品(秤准至0.01g, 溶于100ml水中, 于溶液中加入醋酸3ml, 及新制的硫化氢水10ml)。

如所呈现的顏色不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有醋酸3ml新制的硫化氢水10ml, 及下列Pb量:

“分析純”样品……………0.05mgPb

“純”样品……………0.1mgPb

12. 三价金属氧化物($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)含量的測定

一) 需用試剂和溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.4。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10% 的溶液。

硝酸鉍, ГОСТ 3761—47, 2% 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

于溶液1中(见第8条)加入硝酸2ml, 加热至沸, 小心地滴加氨水溶液至呈硷性(用石蕊試紙), 在水浴上加热經20—30分钟, 用小块滤紙过滤溶液, 以热硝酸鉍溶液洗净滤紙上的沉淀, 烘干, 灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………1mg

“純”样品……………2mg

13. 碳酸含量的試驗

取样品5g 称准至0.01g，溶于蒸馏水25ml中，再加盐酸(ГОСТ 3118—4，比重1.12) 5ml，

如不发生气泡則認為样品符合标准。

14. 溶解度的試驗

在18°—20°C时，溶解“分析純”样品5g或“純”样品2g于100ml之蒸馏水中。

如溶液为透明而含有机械的混合时，則認為样品符合标准。溶液可容許呈现輕微的乳色。

IV. 包 装 及 标 志

15. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为6。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4218—48
	試 剂	代替 OCT 4101
	亞硝基亞鐵氰化鈉	Л 5 1 組

亞硝基亞鐵氰化鈉为，深紅色結晶。溶于水。

分子式； $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5 \cdot \text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—297.97。

工. 技 术 条 件

1. $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5 \cdot \text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量不得小于97.5%。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.01	0.03
(3) 氯化物(Cl)	0.01	0.03

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。

取样的总重不得小于0.2Ng。

III. 测 定 方 法

4. $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5 \cdot \text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量之测定

一) 需用试剂及溶液：

鉻酸鉀，ГОСТ 4459—48，1:20 的溶液。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取約2g样品称准至0.0002g，置于100ml之量瓶內，溶于水，并加水至刻度。

于所得溶液10ml中，注入50ml水，鉻酸鉀溶液1ml，并用硝酸銀溶液滴定之。

$\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数(X)按下式計算：

$$X = \frac{V \cdot 0.014898 \cdot 100 \cdot 100}{G \cdot 10} = \frac{14.898V}{G}$$

式中：

V—硝酸銀0.1N溶液用于滴定时之实际ml数；

G—样品的重量，以g計；

苏联化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年6月8日	1949年6月1日

0.014898—硝酸銀0.1N溶液1ml, 实际相当于 $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot \text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的g数。

5. 水不溶物含量之測定

取样品50g称准至0.01g, 溶于含有块酸(ГОСТ 3118—46, 比重1.12) 2ml 之冷蒸餾水500ml中。用玻璃滤坩滤出溶液, 以冷水洗净, 滤紙上之残渣, 并在105—110°C 烘干至恒重。残渣的重量, 不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5mg

6. 硫酸盐(SO_4)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品5g称准至0.01g, 并溶于200ml水中, 滤出溶液, 以块酸2ml 酸化之, 加氯化銀溶液3ml, 靜置12—18 小时。滤过析出之沉淀于瓷滤坩中。用水洗净, 烘干并灼至恒重。

如灼烧残渣的重量, 不超过下列数值时, 則認為样品符合标准。

“分析純”样品……………1.2mg

“純”样品……………3.6mg

注: 如所用之块酸含有 SO_4^{2-} 时, 則將其結果加以适当之校正

7. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

結晶硫酸銅, ГОСТ 4165—48, 10% 的溶液。

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N溶液。

含 Cl^- 溶液, ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

取样品1g称准至0.01g, 并溶于20ml水中, 于溶液內注入不含氯化物之硫酸銅溶液20ml, 并用曾以热水洗滌滤紙之滤紙过滤。于滤液20ml中, 加入硝酸2ml及硝酸銀溶液1ml。

如試液所呈现之乳色不深标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有硫酸溶液4.5ml, 硝酸3ml, 硝酸銀溶液1ml及下列Cl量:

“分析純”样品……………0.05mgCl

“純”样品……………0.15 mgCl

IV. 包 装 及 标 志

8. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为1或5。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 342—41
	試 剂 焦磷酸钠 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 分子量(根据1940年国际原子量) —446.11; $\log -2.64944$	Л 5 1 組

I. 分 类

1. 根据主要物质($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)之含量及焦磷酸钠中杂质之含量, 将样品分为: “分析纯”及“纯”。

II. 技术条件

2. 本样品应为无色透明或白色, 易受风化之结晶, 溶于水。
3. 主要物质($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)之百分含量应为:
“分析纯”样品……………不小于99%
“纯”样品……………不小于97%
4. 容许杂质的最大含量, 以%计:

杂 质 名 称	“分 析 纯”	“纯”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl^-)	0.002	0.005
(3) 硫酸盐(SO_4^{2-})	0.05	0.05
(4) 铁(Fe)	0.001	0.003
(5) 硫化氢沉淀之重金属	0.001	0.002
(6) 砷(As)	0.0001	0.0005
(7) 磷酸盐(PO_4^{3-})	0.3	0.3
(8) 碳酸钠(Na_2CO_3)	0.15	0.3

III. 驗 收 規 則

5. 取样由每批分别进行之。

6. 每瓶须经外观检查。

由每批总数10%以上的瓶中取平均样品, 而批小时, 不得少于两瓶。

由选出的每瓶中, 按其数量多少比例取出样品, 放入清洁干燥带磨口玻璃塞的广口瓶内, 同时小心振荡混匀试样。

所取出样品之总重不得少于0.25kg。

7. 将平均样品分为两份, 将其放入两个清洁干燥带有紧密磨口玻璃塞的广口瓶内。

在每瓶上贴以标签并注明: 出品厂名称, 样品名称, 品级, 出品时间, 批号, 取样地点及日期。

每瓶加封, 一瓶送至出品厂分析, 另一瓶自取样日起, 保存三个月, 以备仲裁分析之用。

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年3月12日	实施日期 1941年5月15日
-------------------	-------------------------	--------------------

仲裁分析化驗室由双方協議決定之。

IV. 試驗方法

8. 焦磷酸鈉($\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)百分含量之測定

取細粉狀样品約4g, 稱准至0.0002g, 在錐形瓶內, 溶解于100ml水中, 然后于溶液中加入2滴0.1%甲基黃后, 或用——5滴混合指示剂(見第8条注2), 用0.5N溶液盐酸滴至变色。

1ml 0.5N溶液盐酸, 相当於0.11153g之 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$; $\log -1.04739$ 。

因正磷酸盐及碳酸鈉同时亦被滴出, 可由測定結果減去正磷酸盐及碳酸鈉之百分含量(得自第9条《7》及《8》款), 換算为 $\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 量而計算出焦磷酸鈉百分含量。

正磷酸盐及碳酸鈉之百分含量換算为 $\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 按下式計算:

$$a \cdot 2.35 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

a—为正磷酸盐(PO_4^{3-})的百分含量, 按第9条《8》款試驗求得;

2.35——正磷酸盐(PO_4^{3-})換算为 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 之系数。

$$b \cdot 4.21 \dots \dots \dots (2)$$

式中:

b—为碳酸鈉(Na_2CO_3)的百分含量, 按第9条《8》款試驗求得;

4.21……碳酸鈉(Na_2CO_3)的百分含量換算为 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 之系数。

注: 1. 0.1%甲基黃溶液的配制: 溶解0.1g指示剂于100ml酒精中。

2. 混合指示剂的制备: 混合0.1%之甲基橙及甲基紅水溶液, (10:7), 如指示剂发生沉淀, 則使用时必須很好振蕩。

9. 杂质含量之測定。測定杂质含量时, 样品应取准至0.01g。

1) 水不溶物: 取25g样品在烧杯內加热溶于200ml水中, 烧杯盖以表玻璃, 在沸水浴上置一小时。然后用已稱重之玻璃过滤坩堝(4号或3号)将溶液滤过, 以100ml热水洗滌滤紙上所生成之沉淀, 在105—110°干燥至恒重。

沉淀不得超过:

“分析純”样品……1.3mg

“純”样品……2.5mg

2) 氯化物(Cl^-)。称取0.5g样品, 在100ml錐形瓶中溶于40ml水, 必要时, 用以热水洗滌的滤紙滤过此溶液, 小心于溶液中加入4ml之化学純或分析純的硝酸(比重1.15)及1ml之0.1N硝酸銀溶液。所呈现的乳色經十分钟后, 不得深于标准液所呈现的乳色时, 則認为样品符合标准, 标准溶液为同体量內含有4ml硝酸, 及1ml 0.1N之硝酸銀溶液以及下列 Cl^- 量:

“分析純”样品……0.01mg Cl^-

“純”样品……0.025mg Cl^-

注: 标准 Cl^- 液的制备: 将1.649g預先烘干之化学純氯化鈉溶于水, 稀释至1l——溶液A。

将10ml溶液A用水稀至1l——溶液B。

1ml溶液B含有0.01mg Cl^- 。

3) 硫酸盐(SO_4^{2-})。称取5g样品在烧杯內, 溶于100ml水中, 加3.5ml不含 SO_4^{2-} 之盐酸

試 剂。 焦 磷 酸 鈉

ГОСТ 342—41

(比重1.19), 必要时, 将溶液过滤。然后加热至开始沸騰, 倒入5ml 10%氯化鋇溶液, 并放置該溶液18—20小时, 于室温下, 即用磁过滤坩堝(A₂或B₁)滤过。用凉水洗滌漏斗上之沉淀至无Cl⁻反应, 烘燥并灼烧至恒重。

灼烧沉淀的重量不得超过:

“分析純”样品

及“純”样品……………6.1mg。

BaSO₄重量換算为SO₄⁻重量的系数为0.41153; log—1.61440。

注: 1. 如果没有多孔磁坩堝时, 可采用第4号(Дружная Горка)玻璃坩堝, 沉淀于滤过和洗滌后在 150°C 烘干至恒重。

2. 如所用之盐酸含有SO₄⁻时, 則依校对試驗結果加以校正。

4) 鉄(Fe), 取5g样品置于預先画好50ml标志之150ml烧杯中, 以60ml水溶解之, 于該溶液注入23ml硫酸(比重1.11)其中(約有3ml用于中和样品), 杯上盖以表玻璃, 并放入毛細管使能煮沸勻調, 煮沸一小时。

然后冲洗表玻璃使溶液体积至 50ml——溶液A。

于20ml相当于2g样品(保存其余30ml溶液以备測定重金属用)的溶液中, 加入5ml之磺酞水杨酸溶液, 然后将溶液混勻, 以浓氨水中和至放出臭味, 再多加同样氨水, 3ml 并混勻。

試液之黄色不得深于标准液之顏色, 标准液如下配制:

20ml水, 其中含有8ml同样硫酸及下列Fe量:

“分析純”样品……………0.02mg Fe

“純”样品……………0.06mg Fe

于此溶液中加入 5ml 之磺酞水杨酸溶液搅拌以浓氨液中和至放出臭味, 再多加同样氨水 3ml, 并混勻。

注: 标准鉄液的配制: 将8.635g化学純鉄銨矾溶解于加有25ml 硫酸酸化的水中(比重1.11), 再稀释至 1l——溶液A。

将5ml溶液A稀释至250ml——B。

1ml之溶液B, 含有0.02mgFe。

溶液B之制备, 只供当日应用。

5) 硫化氢組沉淀的重金属。測定重金属含量时, 取 20ml 溶液a (相当2g样品——參看第9条《4》項), 过滤后, 加数滴酚酞, 注入浓氨水, 使成硷性反应。即于溶液中加入5ml 冰醋酸, 加水至40ml, 并加入新制饱和硫化氢水10ml。

試液所呈现的顏色經10分钟后, 不得深于标准溶液的顏色, 标准溶液依下法配成:

用浓氨水中和10ml硫酸(比重1.11)(以酚酞試驗)并于該硷液中加入5ml 化学純冰醋酸以及加入:

“化学純”样品……………0.02mg Pb

“純”样品……………0.04mg Pb

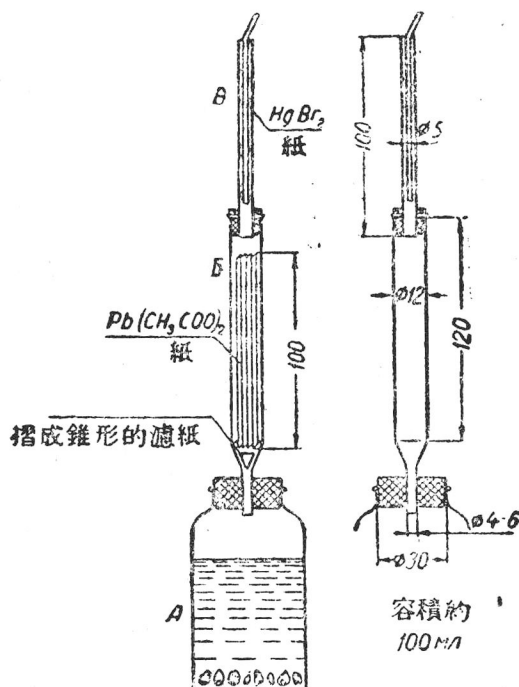
将标准液稀释成40ml, 并加入新制的饱和硫化氢10ml。

注: 标准Pb溶液的配制: 取1.331g新制化学純之醋酸鉛, (Pb(CH₃COO)₂·3H₂O) 溶解于以1ml冰醋酸酸化的水中, 加水稀至 1l——溶液A。

将2ml溶液A, 水稀至100ml——溶液B。

1ml溶液B含有0.02mgPb。

6) 砷(AS)。取2g样品溶于10ml水中,将此溶液倒入Зангер—Блэка 仪器中(見Тредвелл Голл“分析化学教程”,“工部II节“重量分析”222頁1935年版——瓶之容量約 100ml(见图),其中倒入80ml稀硫酸(1体积化学純硫酸比重 1.84加 7 体积水),小心混勻,并放入5g鋅粒(不含砷),其大小尽可能相同。



1.5—2小时后,氯化汞試紙所得之顏色,不得深于在同样条件下,同体积标准溶液中,該試紙所得的顏色,标准溶液为含有同量硫酸,鋅及砷量:

“分析純”样品……………0.002mgAs

“純”样品……………0.010mgAs

注: 1. 标准砷液的配制: 取1.320gAs₂O₃, 相当于 OCT BKTH 8245/1201“无定形玻璃状的”或“純粹第一等”“白砷”, 如未指明时, 可用同样数量的升华 As₂O₃溶于所需数量(約10ml)10%的氫氧化鈉溶液中, 并用水稀至1l——溶液A。

将2ml溶液A用水稀釋至1l——溶液B。

1ml溶液B含有0.002mgAs, 溶液B应为新配制者。

2. 氯化汞紙按下法制备: 将細密无灰濾紙用冷氯化汞液浸泡(溶氯化汞的溶解度: 在20°C以100ml水溶解2g), 并置于平宽玻片上, 使在空气中干燥之, 将干燥紙片再用同样氯化汞液浸泡一次并重新干燥, 将制备好的試紙, 保存于带有磨口塞的广口瓶內。

7) 磷酸盐(PO₄⁼), 取0.5g細碎状样品, 溶于50ml冷水中, 加一滴酚酞溶液, 并用5N溶液硝酸液中和之(至褪色), 加水至100ml, 再傾入250ml分液漏斗中。

然后于分液漏斗的溶液中加入10ml5N溶液硝酸液及 40ml 10%的鉍酸鉍溶液, 充分混勻后, 注入5ml 丁醇酒精(饱和溶液)并振蕩至完全溶于酒精为抽出由原磷酸盐所形成之黄鉍磷酸, 于分液漏斗的溶液中, 倒入30ml丁醇与三氯甲烷的混合液(參閱 7 項注 1)混勻液体, 翻

轉分液漏斗(勿搖動)15—20次,至下層液體沉靜後不透明為止。

將已分開之底層放入150ml錐形瓶內,然後於分液漏斗內的其餘溶液中,加入30ml同樣的丁醇與三氯甲烷的混合液,迅速振蕩溶液15次,待沉靜後,將分開底層放入同樣錐形瓶內,將在錐形瓶之溶液用丁醇稀釋至70ml,並振蕩使其混勻,用瓶內所顯溶液顏色與標準溶液顏色相比較,以測定樣品中 PO_4^{3-} 之量。

標準液按下方法配制:於分液漏斗內盛以100ml水,其中含有:

“分析純”及“純”樣品……………1.5mg PO_4^{3-} 。

於此溶液中加入10ml5N硝酸溶液,6ml之10%鉬酸鉍溶液及5ml丁醇,混勻,並抽取所形成之復酸,做法與做試液相同,然後按次做二次抽出。

注:1.丁醇為三氯甲烷混合液的配制:混合1體積之丁醇於3容積之三氯甲烷。

2.配制5N溶液:將1.4比重的硝酸稀釋至比重1.165.5N硝酸溶液濃度的檢驗,可用大約滴定法進行,5ml酸應需24至26ml之1N的NaOH溶液。

3.標準 PO_4^{3-} 溶液的配制:將1.433g化學純磷酸鉀 KH_2PO_4 以水溶解,稀釋溶液至1l——溶液A。
1ml溶液A含有1mg PO_4^{3-} 。

4.10%鉬酸鉍溶液的配制:溶解10g鉬酸鉍於90ml水中,加熱溶解,溶液冷後過濾之。

8) 碳酸鈉(Na_2CO_3)。取2g樣品,置於約60ml之錐形瓶內,溶于30ml已趕掉 CO_2 之水中,於另一同樣瓶中加入30ml緩沖液,使 $\text{PH}=10.2$ (見“3”項注2),並於瓶中加入0.1ml茜素溶液。如試液的顏色紅於緩沖溶液的顏色時,則用0.1N鹽酸溶液或硝酸將試液滴定至緩沖液染色為止。如試液顏色淺於緩沖液的顏色時,則不進行滴定,而主要物質的測定,也不加以校正結果。

1ml0.1N酸溶液相當於0.0106g Na_2CO_3 ; $\log-2.02531$ 。

注:1.茜素溶液的配制,0.1g茜素指示劑溶解於100ml20%乙醇水溶液。

2.緩沖液($\text{PH}=10.2$)的配制:混合17.85ml0.05當量硼砂,溶液與82.15ml0.05當量碳酸鈉溶液即得。

3.0.05當量硼砂溶液製備如下:取任何品級樣品,在 $50^\circ-60^\circ\text{C}$ 以下,用水將其再結晶兩次,並使乾燥在一張濾紙上,待所成結晶不再粘附於玻璃棒為止。

為取得0.05當量硼砂溶液,將用上法所製之純樣品溶於水中,並稀釋至1l。

4.0.05當量碳酸鈉溶液的製備:取5.30g之無水碳酸鈉溶解於水中,稀釋溶液至1l。

V. 包裝及標志

10) 將樣品裝入玻璃廣口瓶內,該瓶具有優良磨口玻璃塞或軟木塞,木塞下面護以油紙,在玻璃及軟木塞上塗以橡膠或用油紙上塗石蠟。

樣品淨重應在0.1kg至5kg之間,其間距重量1kg為50g,1kg以上者為250g。

11) 每瓶應貼以標簽,並註明:出品廠名稱,樣品名稱,品級“分析純”或“純”出品時間,樣品重量,批號,分析項目,檢驗者簽証及(ГОСТ 342—41)。

代替:

ГОСТ 1973—43 代替 OCT HKTH 8245/1201

苏联人民委员会議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 195—41
	試 剂 無水亞硫酸鈉 Na_2SO_3 分子量—126.05(根据1940年 国际原子量) $\log = 2.10055$	代替 OCT — 5764 HKTP — 114
		Л 5 1 組

I. 分 类

1. 由于主要物质之含量及无水亚硫酸钠中所含杂质之量，而区分样品为“分析純”及“純”。

II. 技术条件

2. 样品为白色粉末，溶于水并在空气中氧化。

	“分 析 純”	“純”
3. 主要物质(Na_2SO_3)含量的百分数不得少于	94.0	91.0
4. 容許杂质的最大含量的百分数:		
(1) 水不溶物	0.01	0.02
(2) 氯化物(Cl)	0.01	0.02
(3) 硫化氢沉淀之重金属	0.001	0.002
(4) 鉄(Fe)	0.001	0.002
(5) 砷(As)	0.0001	0.0005
(6) 酸性亚硫酸盐(NaHSO_3)	无	无
(7) 碳酸盐(Na_2CO_3)	0.3	0.3

III. 驗 收 規 則

5. 每批分別进行取样。

6. 每瓶須經外部检查。

由每批总数的10%以上瓶中取平均样品，但批小时不得少于两瓶，由所选出的每瓶中按比例取出一定量的样品，置入清洁干燥带有磨口玻璃塞的广口瓶中，小心振荡，使样品混匀，所取样品的总量不得少于0.3 kg。

7. 将分平均试样分为两份，放入两个清洁干燥带有紧密磨口玻璃塞的广口瓶内，塞上护以弹性胶囊或油紙，涂上石蜡，每瓶上貼以标签，注明：出品厂名称，样品名称，品級(“分析純”或“純”)出品時間；批号，取样日期及地点。

每瓶加封，一瓶送交出品厂化驗，另一瓶自取样日起保存三个月以备仲裁分析之用。仲裁分析的試驗室由双方協議決定。

IV. 試 驗 方 法

8. 打开瓶盖后，立即測定亞硫酸鈉(Na_2SO_3)之含量。

9. 亞硫酸鈉(Na_2SO_3)含量百分数之測定。

取样品約2.5g迅速以相差法称取(称准至1.0002g)于烧杯内，溶在10%的甘油溶液中，

苏联化学工业 人民委员会議提出	全苏标准委员会批准 1941年2月19日	实 施 日 期 1941年3月15日
--------------------	-------------------------	-----------------------

試 剂。 无 水 亚 硫 酸 鈉

ГОСТ 195—41

將該溶液移入250ml量瓶中，加入同样之10%的甘油溶液至刻度。

然后用移液管由此量瓶中吸出該液25ml將其注入50ml 0.1N碘液及5ml 盐酸(比重1.12)的混合液中，并以0.1N 硫代硫酸鈉溶液返滴定过量之碘，至滴定將至終点时加入淀粉指示剂。滴定过量之碘时所消耗之恰为0.1N 硫代硫酸鈉溶液之ml数以 a 表示之。

同时用恰为0.1N 硫代硫酸鈉溶液滴定50ml 0.1N 碘液。于此溶液中加入5ml 盐酸(比重1.12)及2.5ml 甘油(浓的)；以淀粉为指示剂。此滴定所消耗之恰为0.1N 硫代硫酸鈉溶液之ml数，以 b 表示之。

主要物质(Na_2SO_3)含量的百分数，按下式計算：

$$\% \text{Na}_2\text{SO}_3 = \frac{(b-a) \cdot 0.0063025 \cdot 100}{c \cdot 25}$$

式中： 或 $\% \text{Na}_2\text{SO}_3 = 6.3025 \cdot \frac{b-a}{c}$ ，

0.0063025—相当于1ml 0.1N 碘液的 Na_2SO_3 量，以 g 計；

c—样品的重量，以 g 計。

10. 杂质含量的测定：测定杂质的含量样品应称准至0.01g。

1) 水不溶物：在烧瓶中溶解25g样品于250ml 热水中，烧杯盖以表玻璃，在水浴上保持一小时。然后用称过的玻璃过滤坩埚“ДРУЖНАЯ ГОРКА”(№4或№3)过滤。以100ml 热水洗涤沉淀，在105—110°C 烘干至恒重。

残渣的重量不得超过：

“分析純”样品……………2.5mg

“純” 样品……………5.0mg

2) 氯化物(Cl^-)取1g样品。溶于10ml 水中，加入1.5ml 过氧化氢，以水稀释100ml，然后于20ml 的此溶液中(相当于0.2g样品)加入1ml 硝酸(比重1.15)及1ml 0.1N 硝酸銀溶液。所呈现的乳色經10分钟后不得深于标准溶液所呈现的乳色，标准溶液为与試液同体积内(22ml)含有同量硝酸銀及下列 Cl^- 量：

“分析純”样品……………0.02mg Cl^-

“純” 样品……………0.04mg Cl^-

注：1. 配制标准 Cl^- 液：溶解1.64g 預先微灼烧过的化学純氯化鈉于水中，將溶液，以水稀至1l——溶液A。

將2ml 溶液A，成水稀至100ml——溶液B。

1ml 溶液B 含有0.02mg Cl^- 。

2. 在与基本测定条件完全相同的条件下，应当試驗过氧化氢的氯化物。

3) 硫化氢沉淀的重金属：称取样品，5g，溶于60ml 热水中，加入20ml 化学純(比重1.19)，將溶液在水浴上蒸干，于該残渣中加入30ml 热水及5ml 盐酸(比重1.19)重新蒸干。將蒸干后所得残渣溶于50ml 水中。用氨水中和溶液，以数滴酚酞試驗。然后，加入1ml 化学純冰醋酸及5ml 新配制的硫化氢水溶液所呈现的顏色，經10分钟后，不应深于标准溶液所呈现的顏色，标准溶液为与試液同体积内含有同量之冰醋酸，硫化氢水及下列Pb量：

“分析純”样品……………0.05mg Pb

“純”样品0.10mg Pb

注：1. 标准Pb溶液的配制：溶解1.831g新重結晶化学純之醋酸鉛($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)于水中，以1ml化学純之冰醋酸酸化之，并用水将溶液稀至1l——溶液A。

将10ml溶液A，以水稀释至100ml——溶液B。

1 ml溶液B含有0.1mg Pb，溶液B仅适用于配制之当日。

2. 重金屬和鐵的測定：可以适当改变样品重，取一份样品进行之。

4) 鐵(Fe)。取样品1g，溶于10ml水中，加入4ml化学純盐酸(比重1.19)，在水浴上蒸干該溶液。将蒸干后所得的残渣溶于10ml水中。于溶液中加入1ml盐酸(比重1.19)，重新在水浴上蒸干。将所得残渣溶于20ml水中，加入2ml10%的磺醯水杨酸溶液，然后搅拌溶液，加入5ml10%的氨液，再搅拌之。

試液所形成的黃色不得深于标准溶液所形成的顏色，标准溶液如下配制：

取20ml水，其中加入下列Fe量：

“分析純”样品……………0.01mg Fe

“純” 样品……………0.02mg Fe

于此溶液中再加入2ml 10%的磺醯水杨酸溶液，然后加入5ml 10%的氨液，再搅拌之。

注：标准鉄液的配制：溶解3.635g新重結晶分析鉄鉄矾于水中，加入25ml硫酸(比重1.11)酸化之，将溶液用水稀释至1l——溶液A。

将1ml溶液A用水稀释至100ml——溶液B。

1 ml溶液B含有0.01mg Fe。

溶液B仅适用于制备之当日有效(見第3項注2)。

5) 砷(As)于蒸发皿中，置1g样品，先加入10ml硝酸(比重1.15)然后，再小心加入5ml化学純硫酸(比重1.84)，先在水浴上将該混合液蒸干，然后再置于沙浴上，至呈现硫酸烟为止。

如此項操作完后，而硝酸未完全赶走时(以二苯胺試驗之)，将蒸餾后所得残渣用水再行蒸干，重复操作至硝酸完全赶走为止。蒸发后将残渣冷却，溶于水中，将此溶液以水稀释至45ml，并移入庄格爾·布列克仪器中(見Тредвелл—Голл“分析化学教程”1部2节“重量分析”222頁，1935年出版)——瓶之容积約为100ml，于其中加入40ml稀硫酸(1体积比重1.84的化学純硫酸，加到7体积水中)及5g《无砷》鋅，經几小时后，氯化高汞試紙之顏色不得深于同样試紙(氯化高汞)，在同样条件下，用与試液同体积的标准溶液之顏色，标准溶液为8ml稀硫酸(1体积比重1.84化学純硫酸加到7体积水中，加入5g《无砷》鋅及下列砷量：

“分析純”样品……………0.001 mg As

“純” 样品……………0.005 mg As

注：1. 标准砷溶液的配制：取1.320g As_2O_3 ，合于OCT HKTII8245/1201之“白砷”“非晶形”“第一等純”或未指明时，可用同样数量的升华 As_2O_3 溶液于所需数量(約10ml)10%的氢氧化鈉溶液中，并用水稀释溶液至1l——溶液A。

将1ml溶液A用水稀释至1l——溶液B。

1ml溶液B含有0.001mg As。

溶液B仅适用于配制之当日。

2. 氯化高汞試紙如下配制：将密質无灰濾紙用冷氯化高汞飽和溶液浸透之氯化高汞溶解度：在20°C时的100水中溶解6.2g，并于平玻璃片上鋪开使在空气中晾干，将干燥紙片用同样氯化高汞溶液，再浸透一次并重新晾干，将所制之試紙保存于带有磨口塞的玻璃广口瓶内。

6) 亚硫酸氢鈉(NaHSO_3)：于10ml水中加入1.5ml过氧化氢及一滴甲基紅溶液，然后

試 剂。无 水 亚 硫 酸 鈉

ГОСТ 195—41

于該溶液中小心加入0.1N氢氧化鈉溶液至呈现黄色，加入1g样品，將該液充分混勻，并靜置5分钟。对此溶液应保持黄色，不允許呈现粉红色(保存此溶液以备第7条試驗之用)。

7) 碳酸鈉(Na_2CO_3)；將第6条得到的温溶液冷却至室温，并以0.1N盐酸溶液滴定至呈现紅色。滴定时所消耗的0.1N盐酸溶液不得大于0.6ml。

1ml 0.1N盐酸溶液相当于0.0053g Na_2CO_3 ； $\log = 3.72428$ 。

V. 包 装 及 标 志

11. 將样品包装于带严密玻璃磨口塞或严密的軟木塞的玻璃广口瓶中。軟木塞下护以油紙，在玻璃或木塞上复以弹性胶膜或油紙上涂石蜡。

样品淨重应由0.1kg至5kg，重量在1kg以内者，間距为50g，超过kg者間距为100g。

每瓶应装满至恰好頸口处。

12. 每瓶上貼以标签并注明：出品厂名称，样品名称，品級（“分析純”或“純”）制造時間，样品重量，批号，分析項目，檢驗者簽証及“ГОСТ 195—41”。

代替：

ГОСТ 1973—43 代替 OCT HKTH 8245/1201

苏联部长會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 429—41
	試 剂	
	結晶亞硫酸鈉 $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 分子量(根据1940年国际原子量) —252.17 $\log = 2.40170$	Л 5 1 組

Ⅰ. 分 类

1. 由于主要物質之含量及在結晶亞硫酸鈉中所含雜質之量，本样品可分为“分析純”及“純”。

Ⅱ. 技 术 条 件

2. 本样品为无色結晶，易溶于水，在空气中易失去水分和氧化。

3. 主要物質($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量之百分数应：

“分析純” 样品……………不得少于96.0%

“純” 样品……………不得少于91.0%

4. 容許雜質的最大量，以%計：

容 許 雜 質	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.005	0.01
(3) 硫化氫沉淀的重金屬	0.001	0.001
(4) 鉄(Fe)	0.001	0.002
(5) 砷(As)	0.0001	0.0005
(6) 亞硫酸氫鈉	无	无
(7) 碳酸鈉(Na_2CO_3)	0.3	0.3

Ⅲ. 驗 收 規 則

5. 每批分別进行取样。

6. 將每瓶加以外部检查。

为得到均匀的試样，取样不得每批总数尽可能迅速之10%瓶，但当小批时，不得少于两瓶。由每个选出瓶中，比例取出一定量的样品置入清洁干燥带有玻璃塞的瓶中，同时細心混勻之。

所取样品的总重，不得少于0.3kg。

7. 將平均試样分为两份，置于两个清洁干燥磨口瓶內，在每瓶上貼以标签并注明：出品厂名称，样品名称，品級，“分析純”及“純”，出品日期時間，批号，取样日期及地点。

每瓶加封，一瓶运至出品工厂分析，另一瓶自取样日起，保存三个月以备仲裁分析之用。

仲裁分析試驗室，由双方協議选定之。

苏联化学工业 人民委員會會議提出	全苏标准委員會批准 1941年3月28日	实 施 日 期 1941年4月15日
---------------------	-------------------------	-----------------------

IV. 試 驗 方 法

8. 打开瓶盖后, 立即測定亞硫酸鈉($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)之含量。

9. 亞硫酸鈉($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量之測定

秤取样品約5g(尽可能的快取, 秤准至0.0002g,)置于烧杯內, 以10%甘油溶液溶解之; 將該液移至250ml的量瓶中, 注入同样之10%的甘油溶液使达刻度。

然后用移液管从量瓶中吸出該液25ml, 注入50ml 0.1N碘液和5ml盐酸(比重1.12)之混合液中, 以0.1N硫代硫酸鈉溶液滴定过量之碘, 当滴定快到終点时, 加淀粉为指示剂。至滴定过量碘所消耗恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液之ml数, 用a表示之。

同时硫用恰为0.1N硫代硫酸鈉滴定50ml 0.1N碘的溶液, 当其加入5ml盐酸(比重1.12)及2.5ml甘油(浓的); 以后, 当滴定快到終点时, 加入淀粉为指示剂。

滴定所消耗恰为0.1N之硫代硫酸鈉溶液之ml数量, 用b表示之。

亞硫酸鈉($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)之含量百分数, 按下式計算:

$$\% \text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = \frac{(a-b) \cdot 0.012608 \cdot 100 \cdot 250}{c \cdot 25} = 12.608 \cdot \frac{b-a}{c}$$

式中:

0.012608——量, 相当于1ml 0.1N碘溶液的 $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 之数量, 以g計;
c——样品之秤重, 以g計。

10. 杂质含量之測定: 当測定杂质含量, 成品秤样应秤准至0.01g。

一) 水不溶物。在烧杯中溶20g样品于250ml热水中, 盖以表玻璃, 在沸水浴上保持一小时。用已称过之玻璃过滤坩埚“Дружная Горка”(№4或№3)过滤。以100ml热水洗滌沉淀, 在105—110°C干燥至恒重。

沉淀重不应大于:

“分析純”.....1.0mg

“純”.....2.0mg

二) 氯化物(Cl^-)。溶1g样品于10ml水中, 加入1.5ml过氧化氢并以水稀释至100ml。

然后于20ml所得溶液中(相当于0.2g样成品), 加入1ml硝酸(比重1.15)及1ml 0.1N硝酸銀溶液。其所呈现之乳色, 經十分钟后, 不应深于标准液之乳色。标准液为同体积(22ml)內, 含有同量的硝酸, 及硝酸銀及下列 Cl^- 量:

“分析純”.....0.01mg Cl^-

“純成品”.....0.02mg Cl^-

注: 1. 制备标准 Cl^- 液, 系溶1.649g预先烘干之化学純氯化鈉于水中, 再稀释至1l——溶液A。

2. ml溶液A, 用水稀释至1l——B。

1. 1ml溶液B內, 含有0.02mg Cl^- 。

2. 当測定过氧化氢主要成分时, 須經氯化物的測定。

三) 硫化氢沉淀之重金属。

溶解5g样品于30ml热水中, 加10ml化学純的块酸(比重1.19)在水溶液上蒸干, 于残渣中加入15ml热水, 3ml化学純的 HCl (比重1.19)在水浴上再蒸干之。

溶解蒸干后的残渣于50ml水中在有一点酚酞存在时, 用氨水中和然后加1ml冰醋酸和

5ml新配制的硫化氫水該溶液所呈現的顏色，經十分鐘後，不應深於標準溶液之顏色，標準溶液為同體積內含有同量的冰醋酸，新配制的硫化氫水，和0.05mg的Pb。

注：為了配制標準鉛溶解，1.831g重新結晶過的化學純的醋酸鉛($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$)於水中，用1ml醋酸酸化，並用水稀釋至1l——溶液A。

5ml溶液A用水稀釋至100ml——溶液B。

1ml溶液B含有0.05mg Pb。

溶液B僅於配制的當日使用之。

四) 鐵(Fe)。溶液1g樣品於10ml水中，加2ml化學純的塊酸(比重1.19)在水浴上蒸干。溶解蒸干後的殘渣於10ml水中，加1ml化學純的塊酸，(比重1.19)，重新至水浴上蒸干，使所得殘渣溶於20ml水中，加2ml10%磺醯水楊酸溶液，然後攪拌之，加5ml10%氨液再攪拌之。

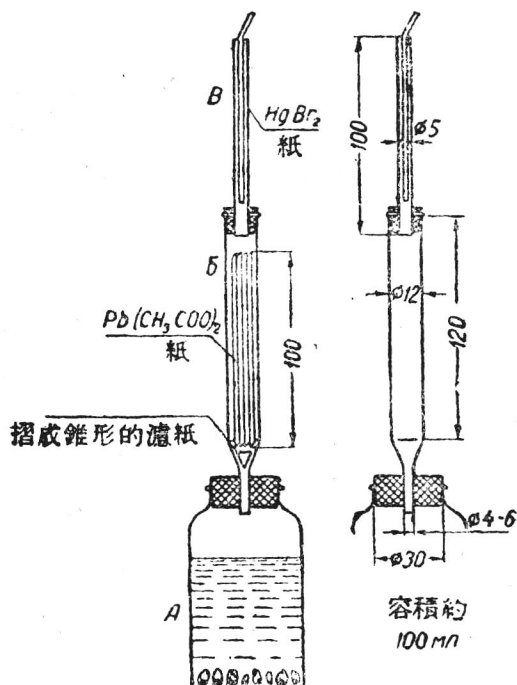
試溶液所形成的黃色不應深於標準溶液的顏色。標準溶液依下法配制：

於20ml水中，含有：

“分析純”.....0.01mg Fe

“純”.....0.02mg Fe

加2ml10%磺醯水楊酸溶液，攪拌之，加5ml10%氨液再攪拌之。



注：配制標準鐵可溶解8635g化學純的重新結晶過的鐵銹於水中，用25ml硫酸(比重1.11)酸化，用水稀釋到1l——溶液A。

1ml 溶液A用水稀釋至100ml——溶液B。

1ml 溶液B中含1.01mg Fe。

溶液B 僅於配制當日有效。

四) 砷(As)。將2g樣品置於磁皿中加10ml HNO_3 (比重1.15)，然後小心加入5ml化學純

的硫酸(比重1.84)。

所得混合物,起初在水浴上蒸发然后在沙浴上蒸发直到发生硫酸的白烟,在这种情况下如硝酸排除不完全(用二苯胺試驗)可将残渣溶解后再蒸发之,重复操作到硝酸,完全除尽冷却残渣并使溶解在水中,再用水稀释至45ml移入Зангер-блека器(参考Тредвелл-Голл“化学分析教科书”第二卷第一部(重量分析)222頁1935年版)——体积約为100ml的玻璃瓶內(参考图),加40ml 127化学純稀硫酸,(比重1.84)和5g无砷鋅块,大小最好相等。

二氯化汞試紙的顏色经过两小时后不应深于标准溶液中的試紙的顏色,(二氯化汞試紙)标准溶液是在与試驗同体积下,同体积的溶液內含有80ml 127 化学純稀硫酸(比重1.84)5g无砷的鋅及As量;

“分析純”.....0.002mg As,

“純”.....0.01 mg As。

注: 1.为了配制标准的砷,取1.320g As_2O_3 ,相当于 OCT НКТII 8245/1201(白砷)(无定形的玻璃状的)或(精制的第一种),或于缺乏以上条件时,——以同量的升华 As_2O_3 ,溶解在必須量(約10ml)10%的氢氧化鈉溶液中,用水稀释至1l——溶液A。

2ml溶液A加水稀释到1l——溶液B。

1ml溶液B含0.002mg As。

溶液B应该是新配制的。

2.二氯化試紙用下法制造;备用飽和的冷氯化汞溶液(将可溶性的氯化汞 6.2g;至20°C时浸透密的无灰的濾紙,溶于100ml水中然后分散于平玻璃上,在空气中晾干之,再用氯化汞溶液同样浸透一次,浸透再晾干之将所制备的濾紙保存于磨口的玻璃瓶中。

五) 酸性亞硫酸鈉($NaHSO_3$)。于 10ml 水中,加入 1.5ml 过氧化氢和 1 滴甲基紅,然后,小心注入0.1N氢氧化鈉溶液至黄色显现,加入1g試样,搅拌均匀,靜止 5 分钟。此溶液应当保持黄色;不得有紅色呈现。(保存溶液作为第六条实验之用)。

六) 碳酸鈉($NaCO_3$)溶液。将第五条所得溶液,用0.1N块酸溶液滴定呈现紅色。

滴定时所消耗的0.1N的块酸溶液,不应多于0.6ml。1ml 0.1N 盐酸溶液相当于 0.0053g Na_2CO_3 ; $\log=3.72428$ 。

V. 包装及标志

11. 本样品包装于有精密磨口塞或軟木塞的玻璃瓶內,塞下用油紙保护之塞上則复以胶膜油紙或石蜡等。

淨重应在0.1kg到1kg,之間,間隔为50g,每瓶应装满至瓶頸。

12. 每瓶上,均应有标签,注明出品厂的名称,样品的名称,品級“分析純”或“純”出品的時間,样品的重量,組号,分析項目,检查者簽証及“ГОСТ 429—41”。

代 替:

ГОСТ 1973—43 代替 OCT НКТII 8245/1201

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 2053—43
	試 剂 硫 化 鈉 $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 分子量(根据1940年国际原子量) =240.20 $\log=2.38057$	代 替 ОСТ НКТП 8012/934
		Л 5 1 組

I. 技术条件

1. 外观——溶化在结晶水中的无色结晶。

“純”样品为容許微有黄色的结晶。

2. 化学成分, 以%計:

指 标 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 硫化鈉含量 $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 不小于	97	92
(2) 水不溶物含量不大于	0.002	0.005
(3) 碘氧化物的含量(以 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 計算)不大于	1.0	3.0
(4) 銨盐的含量(NH_4^+)不大于	0.002	0.006
(5) H_2S 組金屬含量	沒有	沒有

II. 取 样

3. 所交每批样品須逐瓶进行外观检查。

4. 从每批总数的10%的瓶中取样, 但批小时不得少于两瓶。

5. 从所选出的每瓶中, 按装样品的多少, 尽可能快地比例取出样品, 放入純淨干的一定容积之瓶中, 仔細地搅拌, 不使外穢, 所取样品的总重不少于0.2kg, 将平均样品分二份, 放入带有优良磨口塞純淨干燥的瓶中。

每瓶上貼以标签并注明: 出品厂名称, 样品名称, 品級(“分析純”或“純”)批号, 取样日期, 及地点, 此外貼以第二标签注明: 《在冷处保存》每瓶加封。

将1瓶样品送交工厂实验室进行分析, 另一瓶保存二个月, 以备仲裁分析之用, 仲裁分析之实验室根据双方协议决定之。

III. 实 驗 方 法

6. 溶液A配制: 将1g样品称准至0.01g溶解在500ml量瓶內的蒸餾水中, 用蒸餾水稀释至刻度, 此溶液为溶液A。

7. 硫化鈉含量的測定: 于5.0ml的錐形瓶內, 倒入50ml 0.1N的碘液, 加250ml水, 6ml HCl (比重1.12) 并在搅拌下慢慢地加入25ml溶液A, (相当于0.5g之样品), 将过量的碘用0.1N硫代硫酸鈉溶液, 反滴定, 以淀粉为指示剂。

$\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的百分含量(X)按下式計算:

$$X = \frac{0.01201 \cdot B \cdot 100}{0.5} - \frac{120.1}{248.19} X_1 = 2.402 \cdot B - 0.484 X_1,$$

⑤

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1943年3月31日	实 施 日 期 1943年5月15日
-------------------	-------------------------	-----------------------

試 劑。 硫 化 鈉

ГОСТ 2053—43

式中：

B——氧化25ml溶液A时，所用去的0.1N碘液量，以ml計，0.01201相当于1ml 0.1N 碘液的硫化鈉量，以g計；

0.5——硫化鈉样品的重量，以g計；

$\frac{120.1}{248.19}$ —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 換成 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}$ 的系数；

X_1 ——能被碘氧化物质的含量，以g計(見第9条)。

注：在与測定手續同一条件下，标定0.1N碘溶液的滴定度，將25ml 0.1N的碘液用250ml 蒸餾水稀釋，加5ml HCl(比重1.12)和用0.1N硫代硫酸鈉溶液滴定，以淀粉为指示剂。

依滴定結果，計算碘液的滴定度。

8. 水不溶物的測定：取25g样品，秤准至0.01g，溶于200ml 水中，用玻璃多孔底过滤坩堝(A63或A64)过滤所得的溶液，用100ml 水洗滌滤紙上的残渣，并在105°—110°C 烘干至恒重。

残渣的重量不得超过下列数量：

“分析純”样品……………0.5 mg，

“純”样品……………1.3 mg。

9. 碘氧化物的測定(以 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 計算)：于500ml 的烧杯中，注入50ml 溶液A，加入2g的 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (先溶于150ml 的蒸餾水中)，充分搅拌，靜置 15 分钟，用傾泻法通过滤紙，收集大部份滤液，取100ml 的滤液(相当于0.5g 样品)，以0.1N 碘液滴定，以淀粉作指示剂。

碘氧化物的百分含量数(X)按下式計算：

$$X_1 = \frac{a \cdot 0.002482 \cdot 100}{0.5} = 0.4964a,$$

式中：

a——滴定时所用去的0.01N 碘液，量以ml計；

0.002482——相当于1ml 0.01N 的碘液量，以g計；

0.5——样品的重量，以g計。

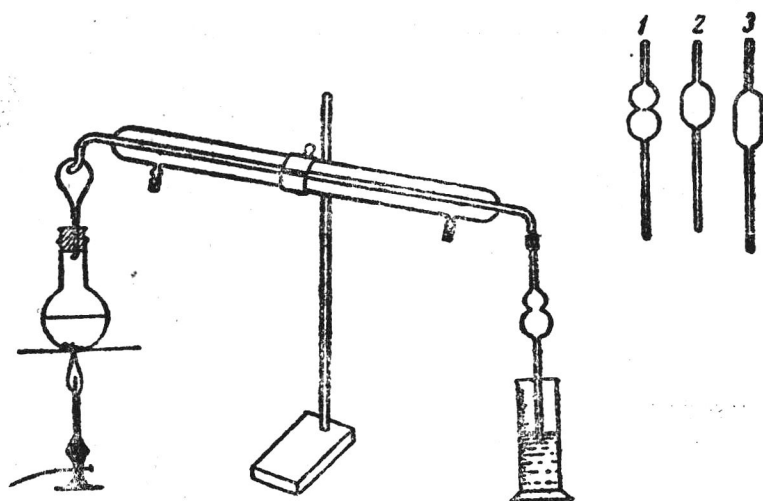
10. 鉍盐含量的測定(NH_4^+)。在250ml 的烧杯中注入100ml 的溶液A，加入 4g 的醋酸鉛(溶于20ml 水中)，强烈搅拌，放置5—10分钟，再强烈搅拌。待沉淀沉降后，虹吸出大部份的溶液。于60ml 虹吸溶液(相当于1g 样品)加入 40ml 10% 的去掉鉍的 NaOH 溶液，用塞子將烧瓶与噴霧分离器和冷凝器連接(见图)后蒸出，50ml 液体到 100ml 的刻度量筒中(量筒中預先注入50ml 的蒸餾水)，然后往量筒加入2ml 的納氏試剂，此后將量筒中内容物混勻。

所呈现的顏色不得深于标准溶液所呈现的顏色，标准溶液为与試液同体积內含有2ml 的納氏試剂及技术条件所容許下列鉍盐量：

“分析純”样品……………0.02mg (NH_4^+)

“純”样品……………0.06mg (NH_4^+)

对需用試剂鉍盐的含量加以校正如下法測定：將2g 的醋酸鉛溶解在 60ml 的水中，加入 40ml 10% 的氢氧化鈉溶液(去掉鉍与鉍盐的)將烧瓶与噴霧分离器和冷凝器連接蒸出 50ml 液



体到含有50ml水刻度量筒里，然后往量筒里加入2ml的納氏試剂并混勻拌溶液。于同体积中含有2ml納氏試剂的标准溶液里，一面搅拌，一面加标准 NH_4^+ 溶液，至使溶液的颜色与蒸餾液的颜色深度相等，按加入的 NH_4^+ 量测定需用試剂中 NH_4^+ 盐的含量，当测定样品中的鉍盐时，将过求出的 NH_4^+ 量加到每一份标准溶液中去。

注：(1)标准 NH_4^+ 溶液的配制：溶解2.996g在 100°C 烘干的 NH_4Cl 試剂，用水将溶液稀释至1l——溶液B。

将20ml溶液用蒸餾水稀释到1l——溶液B。1ml的溶液B含有0.02mg的 NH_4Cl 。

(2)納氏試剂如下法配制：

在瓷蒸发皿里用50ml的蒸餾水溶解6g的氯化高汞，加热到 80°C ，然后加入碘化鉀7.4g碘化鉀，溶于50ml水中的溶液使之冷却，倒出液体，剩下沉积的沉淀并以傾泻法用冷蒸餾水洗滌沉淀三次（每次20ml）。然后沉淀里加入5g碘化鉀和少量的蒸餾水，以溶解碘化高汞于所得的溶液中，加入20g在少量蒸餾水里的 NaOH ，待溶液冷却后，用蒸餾水稀释至100ml，将液体好好放置保存在暗处。

(3)10%的去掉氨的氢氧化鈉溶液如下法配制：

将10%的氢氧化鈉溶液煮沸30分鐘随时补充蒸发损失的水分，冷却溶液，用連有盛硫酸(1:3)的双球管的木塞塞上烧瓶后保存在紧密塞好的玻璃瓶中。

11. H_2S 組含量之测定

用50ml蒸餾水溶解1g样品，秤准至0.01g，在100ml錐形瓶中，以白紙或乳白色玻璃为背景，将所得溶液倒入同样体积和同样颜色的錐形瓶內的50ml蒸餾水相比較，两份溶液的颜色不得有任何区别。

IV. 包装及标志

12. 本样品包装于玻璃瓶中，并塞以良好塞子，塞子下边护以油紙。每瓶上应貼以标签并注明：出品厂名称，样品名称，品級（“分析純”和“純”） $\text{NaS}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数，制造時間，样品数量，批号，檢驗者簽証及ГОСТ 2053—43。

此外，每瓶上貼第二标签并注明：《于冷处保存之》。

每瓶淨重应由所用皮重大的决定，淨重由0.1kg至1kg时的間隔为0.05kg。

苏联部長會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4215—48
	試 · 剂	代替 OCT 10900—40
	硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	Л 5 1 組

硫代硫酸鈉为无色結晶能溶于水。

分子式： $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——248.21。

工. 技术条件

1. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量、以%計，不小于：

“分析純”样品……………99

“純”样品……………98

2. 水溶液反应——应当按第10条試驗。

3. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.01	0.015
(2) 鈣(Ca)	0.005	0.01
(3) 硫化物(S)	0.0005	0.001
(4) 硫酸盐和亚硫酸盐(SO_4^{2-})	0.15	0.3

II. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47进行。

取样的总重应不少于0.3kg。

III. 测 定 方 法

5. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

一) 需用试剂及溶液：

金属碘，ГОСТ 4159—48，0.1N溶液。

淀粉，0.5%的溶液。

蒸馏水。

二) 測定手續

称取样品約1g称准至0.0002g放置在250ml的錐形瓶中，并溶解在50—70ml的水中。用碘溶液滴定，将至滴定終点时加入淀粉溶液。

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数(X)按下式計算：

$$X = \frac{V \cdot 0.024821 \cdot 100}{G} = \frac{2.4821 \cdot V}{G},$$

式中：

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年6月8日	1949年6月1日

V——滴定时所用去的准确0.1N的碘溶液体积，以ml計；

G——样品重量，以g計；

0.024821——相当于1ml准确0.1N的碘溶液的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，以g計。

6. 水不溶物含量的測定：

称取样品50g称准至0.01g，并冷溶于150ml的蒸餾水中。过用玻璃的或者瓷的过滤坩埚过滤溶液。用100ml的热蒸餾水洗滌滤紙上的沉淀。并在105—110°C烘干到恒重。

如沉淀重量不大于下列数量，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………5 mg

“純”样品……………7.5mg

7. 鈣(Ca)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

草酸鈹，OCT 2758，飽和溶液(加热时)。

蒸餾水。

含 Ca^{++} 的溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

不含 Ca^{++} 的样品按下法配制：

将20g样品溶解在88ml的水中，加入4ml的氨液，8ml的草酸鈹溶液，加热到沸騰，再靜置18—20小时。过滤溶液，配制备每份标准溶液各取25ml滤液。

二) 測定手續

称取5g样品称准到0.01g。放在50—60ml的錐形瓶內和溶解在25ml的水里，过滤溶液加1ml氨液2ml草酸鈹溶液。加热到沸騰再靜置18小时。

如所析出的沉淀不大于标准溶液所析出的沉淀时，則認為样品符合标准；标准溶液为与試液同体积內含有25ml无 Ca^{++} 的硫代硫酸鈉溶液，氨液及下列Ca量：

“分析純”样品……………0.25mg Ca

“純”样品……………0.5 mg Ca

注：如存有无 Ca^{++} 的硫代硫酸鈉，則取5g此样品用来配制标准溶液，1ml氨液，2ml的草酸鈹溶液，适当量的水和含有 Ca^{++} 的溶液。在加入氨液后将含有 Ca^{++} 的溶液加入标准溶液中。

8. 硫化物(S)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

氢氧化鉛(亚鉛酸盐)的硷性溶液，按ГОСТ 4517—48配制。

含S溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取1g粉碎的样品称准至0.01g，放在20—25ml的量筒里，并溶解在10ml的水中。于所得的溶液中迅速加入0.5ml氢氧化鉛的硷性溶液并仔細搅拌。

如所呈现的顏色經過2—3分钟后不深于标准溶液所呈现的顏色，則認為样品合乎标准，标准溶液为与試液同体积內含有同量的氢氧化鉛硷性溶液，及下列S量：

“分析純”样品……………0.005mg S

試 剂。 硫 代 硫 酸 鈉

ГОСТ 4215—48

“純”样品……………0.01 mg S

9. 硫酸盐和亚硫酸盐含量的测定(SO₄)。

一) 需用试剂及溶液:

金属碘, ГОСТ 4159—48, 0.1N的溶液。

盐酸, ГОСТ 3118—48, 1N的溶液。

氯化鋇, ГОСТ 4108—48, 10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取1g样品称准至0.01g, 放在150ml的烧杯中, 溶解在 25ml 的水中。过滤溶液, 加入碘溶液直至溶液变成浅黄色(大約40ml), 然后加入1ml盐酸溶液和1ml氯化鋇溶液。

仔細将烧杯内容物混勻, 并靜置 3 小时。往溶液中加入 1—2 滴 0.1N 硫代硫酸鈉溶液使溶液褪色, 并用瓷过滤坩堝过滤。将滤紙上沉淀用冷水洗滌, 烘干并灼烧至恒重。

如灼烧沉淀不大于下列数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………3.6mg

“純”样品……………7.2mg

10. 水溶液反应的測定

一) 需用试剂及溶液:

氢氧化鈉, ГОСТ 4328—48, 0.1N的溶液。

盐酸, ГОСТ 3118—46, 0.1N的溶液。

酚酞, OCT НКТП 2857, 1%的酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取5g样品, 称准至0.01g, 放入100ml錐形瓶中, 溶解在 50ml 很好煮沸过的热水中并加入 3 滴酚酞。

如果溶液无色, 当加入 1 滴氢氧化鈉溶液, 呈现粉紅色时, 則認為样品符合标准。

如果当此溶液加入酚酞时呈现粉紅色, 又加入 1 滴盐酸溶液时粉紅色消失, 則也認為样品符合标准。

IV. 包装及标志

11. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式 1 或 5。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4166—48
	試 剂	代 替 OCT HKTH 7372/526
	硫酸鈉 (無水)	Л 5 1 組

硫酸鈉为无色結晶粉末，溶于水。

分子式： Na_2SO_4 。

分子量(根据1947年的国际原子量)——142.06。

工. 技术条件

1. 水溶液的反应須符合于第13条的試驗。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 的 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 不溶于水的物质	0.005	0.01	0.02
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.003	0.005
(3) 铵盐(NH_4)	0.002	0.002	0.006
(4) 硝酸盐(NO_3)	0.002	0.002	0.006
(5) 铁(Fe)	0.0002	0.0008	0.0015
(6) 鈣鎂和能被铵沉淀的物质	0.02	0.04	0.1
(7) 硫化氢組的重金属(Pb)	0.001	0.002	0.004
(8) 砷(As)	0.0002	0.0005	0.0005
(9) 灼热的损失物	0.2	0.2	0.5

II. 取 样

3. 取样，按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得少于0.4kg。

III. 测 定 方 法

4. 水不溶物的測定

取25g样品，秤准至0.01g，溶解于250ml，蒸餾水中，置水浴上加热溶液一小时。

用玻璃过滤坩堝，过滤，以热水洗滌沉淀，在105—110°C 烘干至恒重。

如干燥滤渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………1.3 mg

“分析純”样品……………2.5 mg

“純”样品……………5 mg

将滤液和第一次洗液用水稀释至 250ml，保存以为下面測定之用(按5, 6, 8, 9条)。

5. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用试剂及溶液：

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年5月6日	1949年6月1日

試 劑。 硫 酸 鈉 (无 水)

ГОСТ 4166—48

硝酸溶液，比重1.15，ГОСТ 4461—48。

硝酸銀，0.1N溶液，ГОСТ 1277—41。

含Cl⁻的溶液，按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于20ml(按第4条)所得之溶液中加入1ml硝酸和1ml硝酸銀。

如試液溶液所呈現的乳色經過10分鐘后不深于标准溶液所呈現的乳色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含有同量硝酸，硝酸銀溶液及下列Cl量：

“化学純”样品……………0.02mg Cl

“分析純”样品……………0.06mg Cl

“純”样品……………0.1 mg Cl

注：将硝酸銀溶液要同时加入試液与标准溶液中。

6. 銨盐(NH₄)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

納氏試剂，按 ГОСТ 4517—48 配制。

含有NH₄⁺的溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續：

于20ml按第4条所得的溶液中加入20ml水和2ml納氏試剂。

如試液所呈現的顏色不深于标准溶液所呈現的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积内含有下列NH₄量和2ml納氏試剂的溶液：

“化学純”样品……………0.04mg NH₄

“分析純”样品……………0.04mg NH₄

“純”样品……………0.12mg NH₄

7. 硝酸盐(NO₃)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重 1.84。

藍錠溶液，按 ГОСТ 4517—48 配制，1:5000。

氯化鈉溶液，按 ГОСТ 4517—48 配制。

含NO₃⁻溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取1g粉細状的样品称准至0.01g，置于仔細洗过的60ml錐形瓶內，瓶內注入2ml，氯化鈉溶液，1ml藍錠溶液，10ml硫酸，攪拌至盐溶解为止，过十分钟，加25ml水。

如試液所呈現的顏色相等于或較深于标准溶液所呈現的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为含有同量氯化鈉溶液，藍錠溶液，硫酸及下列NO₃量，攪拌后10分鐘加入25ml水。

“化学純”样品……………0.02mg NO₃

“分析純”样品……………0.02mg NO₃

“純”样品……………0.06mg NO₃

8. 鐵(Fe)含量的測定

一) 需用試劑与溶液:

磺醴水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10%的溶液。

氨溶液, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

含Fe⁺⁺⁺的溶液, 按OCT 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于20ml按第4条所得溶液中加入5ml水, 2ml磺醴水杨酸溶液。攪拌液体, 加入5ml氨液重新攪混。同时用下法配制标准溶液:

于含有下列Fe量之25ml水中:

“化学純”……………0.004mg Fe

“分析純”……………0.016mg Fe

“純”……………0.03 mg Fe

加入2ml磺醴水杨酸溶液。攪勻液体、然后加0.5ml氨液再混勻。

9. 鈣、鎂及氨沉淀物含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%的溶液。

草酸鉍, 飽和溶液, OCT 2758。

磷酸氢二鈉, ГОСТ 3772—47, 10%的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

于50ml按第四項所得之溶液中, 加入10ml水, 5ml氨水, 2ml草酸鉍溶液和2ml磷酸鉍溶液。3—4小时后滤出生成的沉淀, 用含有1%氨水洗滌, 烘干并灼燒至恒重。

如灼燒后沉淀之重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1 mg

“分析純”样品……………2 mg

“純”样品……………5 mg

10. 硫化氢組重金属(Pb)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

含Pb⁺⁺溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

硫化氢水, 按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取10g样品, 秤准至0.01g, 溶于50ml水中。加入1ml醋酸和10ml新配制的硫化氢水。

如試液所呈現之顏色5分钟后不深于标准溶液所呈現之顏色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积内含同量醋酸, 硫化氢水及下列Pb量:

試 劑。 硫 酸 鈉 (无 水)

ГОСТ 4166—48

- “化学純”样品.....0.1 mg Pb
- “分析純”样品.....0.2 mg Pb
- “純”样品.....0.4 mg Pb

11. 砷(As)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84, 1:4 的稀溶液。

二氯化錫, ГОСТ 36—40, 10% 的溶液。

金屬鋅(无砷), ГОСТ 989—41。

含砷溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

醋酸鉛試紙, 按 ГОСТ 4517—48 制备。

溴化汞試紙, 按 ГОСТ 4517—48 制备。

二) 測定手續

取1g样品, 称准至0.01g, 放于定砷皿A(见图), 并溶于30ml稀硫酸和20ml水中。将醋酸鉛試紙折成小条直放入管B中。于管B中放入溴化汞紙条。然后于皿A中加入三滴二氯化錫溶液和5g金屬鋅, 三滴二氯化錫溶液及下列As量:

- “化学純”样品.....0.002mg As
- “分析純”样品.....0.005mg As
- “純”样品.....0.005mg As

12. 灼烧减重的測定

取約 2 g 样品, 称准至0.0002g, 放于标准坩埚中, 于 100—105° 的烘箱內烘干并灼烧至恒重。

灼烧减重的百分数(X)依下式計算:

$$X = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G}$$

式中:

G——样品的重量, 以 g 計;

G₁——灼烧后样品的重量; 以 g 計。

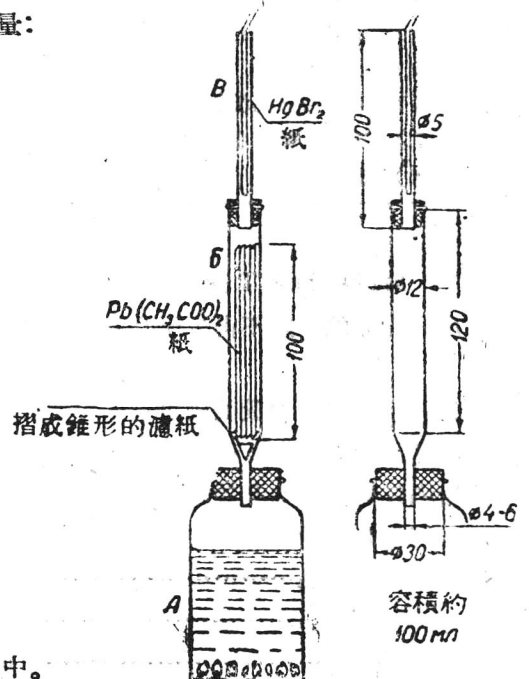
13. 水溶液反应的測定

取 1 g 样品, 称准至0.01g, 溶于20ml蒸餾水中。

如于試驗溶液中加入 1—2 滴 0.1% 的甲基橙溶液时指示剂顏色不变, 而再加入一滴 0.1N 的酸液时, 滴液呈现玫瑰色。

IV. 包 装 及 标 志

14. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行。包装形式为 1 或 5。



苏联部長會議 全苏标准委員會	国定全苏标准	ГОСТ 4171—48
	試 剂	代 替 ОСТ HKTH 7371/525
	結 晶 硫 酸 鈉	Л 5 1 組

硫酸鈉为无色結晶，在空气中易风化溶于水。

分子式： $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)——322.22。

Ⅰ. 技术条件

1. 水溶液反应——应符合第十二条之試驗。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 . 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.0005	0.001	0.002
(3) 銨盐(NH_4)	0.001	0.001	0.003
(4) 硝酸盐(NO_3)	0.001	0.001	0.003
(5) 鉄(Fe)	0.0001	0.0004	0.0008
(6) 鈣鎂与銨沉淀物	0.01	0.02	0.05
(7) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0005	0.001	0.002
(8) 砷(As)	0.0001	0.0003	0.0003

Ⅱ. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重不得少于0.4kg。

Ⅲ. 測定方法

4. 水不溶物含量的測定

取样品50g 秤准至0.01g，溶于200ml 蒸餾水中。将溶液置水浴上加热一小时，用玻璃过滤坩堝过滤。用热蒸餾水洗滌沉淀并在105—110°C 烘干至恒重。

如沉淀的重量不超过：

“化学純”样品..... 1 mg

“分析純”样品..... 2.5mg

“純”样品..... 5 mg

将滤液与洗液合并，以蒸餾水稀释至250ml，并保留供以下第五，六，八，九条試驗之用。

5. 氯化物(Cl)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

苏联化学工业部提出	全苏标准委員會批准	实 施 日 期
	1948年5月6日	1949年6月1日

試 劑。 結 晶 硫 酸 鈉

ГОСТ 4171—48

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 溶液。

含Cl⁻溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將1.0ml水，1 ml 硝酸和1 ml 硝酸銀溶液加到10ml 第4条得到的溶液中。

如試液中所呈現的乳色經過25分鐘不深于標準溶液中乳色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積內含有同量的硝酸，硝酸銀及下列Cl量：

„化學純”樣品.....0.01mg Cl

“分析純”樣品.....0.02mg Cl

“純”樣品.....0.04mg Cl

注：硝酸銀溶液同時放入試液和標準溶液中。

6. 銨鹽(NH₄)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

納氏(Несслер)試劑，按ГОСТ 4517—48配制。

含NH₄⁺溶液，按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將30ml水和2ml納氏試劑加入10ml依第四條所得的溶液中。

如試液所呈現的顏色不深于標準溶液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積中含有2 ml納氏試劑及下列NH₄量：

“化學純”樣品.....0.02mg NH₄

“分析純”樣品.....0.02mg NH₄

“純”樣品.....0.06mg NH₄

7. 硝酸鹽(NO₃)含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

氯化鈉溶液，按ГОСТ 4517—48 配制。

藍靛溶液，按ГОСТ 4517—48 配制，1:5000。

含NO₃⁻溶液，按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續：

取1g細碎狀樣品稱准至0.01g，放入仔細洗過的60ml錐形瓶中。將2ml氯化鈉溶液，1ml藍靛溶液，10ml硫酸加入瓶中，攪拌至鹽溶解并過10分鐘加入25ml水。

如試液的顏色等于或深于標準溶液的顏色，標準溶液為含有同量氯化鈉溶液，藍靛溶液，硫酸及下列NO₃量之溶液：

“化學純”樣品.....0.01mg NO₃

“分析純”樣品.....0.01mg NO₃

“純”样品.....0.03mg NO₃

攪拌后，經過十分鐘加入 25ml 水的标准溶液 顏色，与試液顏色相等或較深时，則認為样品符合标准。

8. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

磺醯水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10%溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

含 Fe⁺⁺⁺ 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

將 2 ml 磺醯水杨酸溶液加入 25ml 依第四條所得到的溶液中，攪拌之，加入 5.5ml 氨液并重新攪拌。

如試液所呈現的顏色不深于用下列方法配制的标准溶液之顏色时，則認為样品符合标准。

將 2 ml 磺醯水杨酸溶液加入 25ml 含有下列 Fe 量的样品中:

“化学純”样品.....0.005mg Fe

“分析純”样品.....0.02mg Fe

“純”样品.....0.04mg Fe

攪拌瓶中含物，加入 5.5ml 氨液，并重新攪拌。

9. 鈣，鎂及氨沉淀物質的測定

一) 需用試剂及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

草酸銨, OCT 2758, 飽和溶液。

磷酸氢二銨, ГОСТ 3772—47, 10%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

將 15ml 水，5 ml 銨液，2 ml 草酸銨溶液与 2 ml 磷酸銨溶液加到 25ml 按第四條所得到的溶液中。經過 3—4 小时，把生成沉淀过滤，用含 2.5% 氨的水洗滌，烘干并灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过:

“化学純”样品.....0.5mg

“分析純”样品.....1 mg

“純”样品.....2.5mg

10. 硫化氢組重金屬 (Pb) 含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

含 Pb⁺⁺ 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

硫化氢水, 按 ГОСТ 4517—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取10g样品, 称准至0.01g 溶于 60ml 热水中。把 1 ml 醋酸与 10ml 新配制的硫化氢水加到溶液中。

如試液所呈现的顏色經過 5 分钟不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有同量醋酸, 硫化氢水及 Pb量:

- “化学純”样品.....0.05mg Pb
- “分析純”样品.....0.1mg Pb
- “純”样品.....0.2mg Pb

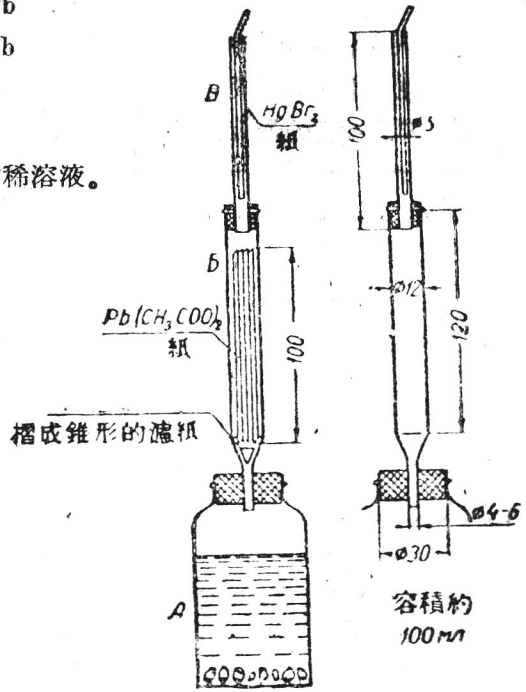
11. 砷(As) 含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

- 硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.8, 1:4的稀溶液。
- 氯化亚錫, ГОСТ 36—40, 10%溶液。
- 无砷金属鋅, ГОСТ 989—41。
- 含砷溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。
- 溴化汞試紙, 按ГОСТ 4517—48制备。
- 醋酸鉛試紙, 按ГОСТ 4517—48制备。

二) 測定手續

取 2 g 样品, 称准至 0.01 g, 放入定砷仪器的广口瓶A中(见图)并溶解于30ml 稀硫酸与 20ml 水中。用直立折迭的醋酸鉛試紙充滿管 B。在管 B 中放入溴化汞紙条。然后加三滴氯化亚錫溶液和 5 g 金属鋅于广口瓶A 中。迅速关紧广口瓶并将仪器放在暗处。



如溴化汞紙条的顏色經過 2 小时不深于在同样情况下标准溶液中溴化汞紙条的顏色时, 則認為样品符合标准溶液为同体积中含有30ml 稀硫酸, 三滴氯化亚錫溶液, 5 g 金属鋅及砷量:

- “化学純”样品.....0.002mg As
- “分析純”样品.....0.006mg As
- “純”样品.....0.006mg As

12. 水溶液反应的測定

取 2 g 样品称准至0.01g并溶解于20ml 蒸餾水中。

如将 1—2 滴0.1% 甲基橙溶液加到試液中指示剂顏色不生变化时, 而后来加入 1 滴0.1 N 酸液时, 試液呈现淡紅色时則認為样品符合标准。

IV. 包 装 及 标 誌

13. 样品之包装及标誌按 ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为 1 或 5

苏联部长會議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 4199—48
	試 剂	代替 OCT 4102
	四 硼 酸 鈉	Л 5 1 組

四硼酸鈉为溶于水透明无色結晶或結晶粉末。

分子式： $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(依据1947年国际原子量)——381.43。

Ⅰ. 技术条件

1. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 含量不小于99.5%。
2. 在水中的溶解度—应当符合于第六条之試驗。
3. 容許杂质的最大含量，以%計；

杂质名称	“化学純”	“分析純”	“純”
(1) 盐酸不溶物	0.003	0.005	0.02
(2) 氯化物(Cl)	0.0005	0.002	0.005
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.01	0.03
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0005	0.001	0.002
(5) 鉄(Fe)	0.0003	0.0005	0.001
(6) 砷(As)	0.0001	0.0005	0.001
(7) 碳酸盐(CO_3)	应符合第十三节試驗		

Ⅱ. 取 样

4. 取样按ГОСТ 3885—47进行之。
所取出样品的总重不得少于0.5kg。

Ⅲ. 測定方法

5. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

一) 需用试剂及溶液：

盐酸，按ГОСТ 3118—46，0.1N溶液。

甲基橙；0.1%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取約0.5g样品，称准至0.0002g，并溶于50ml水中。以甲基橙为指示剂用盐酸溶液滴定試液。

$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数按下式計算：

$$X = \frac{v \cdot 0.01907}{G} \cdot 100 = \frac{1.907 \cdot v}{G}$$

苏联化学工业部提出	全苏标准委员会批准 1948年6月8日	实 施 日 期 1949年6月1日
-----------	------------------------	----------------------

式中:

v ——滴定时用去的恰为 0.1N 盐酸体积, 以 ml 計;

G ——样品的重量, 以 g 計;

0.01907——相当 1 ml 恰 0.1N 盐酸的硼酸量, 以 g 計。

6. 在水中溶解度的測定:

取 1 g 样品, 称准至 0.01g, 溶解于 20ml 蒸餾水中。

如溶液“化学純”样品和“分析純”样品试剂变透明时, 則認為样品符合标准。

如溶液对“純”样品所呈现混浊不多时, 則認為样品符合标准。

7. 盐酸不溶物含量的檢定

一) 需用试剂:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.12。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

二) 測定手續:

取 30g 样品, 标准至 0.01g, 并加热溶解在 450ml 水中。加約 24ml 盐酸于試液中至呈弱酸性反应为止(用石蕊試紙), 在煮沸水浴上加热一小时, 然后用玻璃的或瓷的过滤坩埚过滤。用热水洗坩埚里的沉淀至不含 Cl^- 反应(用硝酸銀試驗)并在 105—110°C 烘至恒重。

如烘干沉淀的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………0.9mg

“分析純”样品……………1.5mg

“純”样品……………6 mg

8. 氯盐(Cl)含量的測定

一) 需用试剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重 1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 溶液

含 Cl^- 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 2g 样品称許至 0.01g, 并加热溶解在 40ml 水中。溶液冷却后用以热水仔細洗过的滤器过滤。把 2 ml 硝酸与 1 ml 硝酸銀溶液加到滤液中。

如試液所呈现的乳色經過 20 分钟不超过标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积中含有同量硝酸, 硝酸銀, 及下列 Cl^- :

“化学純”样品……………0.01mg Cl^-

“分析純”样品……………0.04mg Cl^-

“純”样品……………0.1mg Cl^-

注: 硝酸銀溶液同时加入試液及标准溶液中。

9. 硫酸盐(SO_4)含量的測定

一) 需用试剂及溶液:

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化銀，ГОСТ 4108—48，10%溶液。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 5 g 样品称准至 0.01g 并加热溶解于 100ml 水中。将溶液过滤，用不含 SO_4^{2-} 的盐酸中和滤液(用石蕊試紙)，并多加 1 ml 盐酸。把溶液加热至沸騰，加 5 ml 氯化銀溶液于其中并放置 12—18 小时。用瓷过滤坩堝过滤降落的沉淀，用水洗至不含 Cl^- 反应(用硝酸銀試驗)，烘干并灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………0.6 mg

“分析純”样品……………1.2 mg

“純”样品……………3.6 mg

10. 硫化氢組重金属 (Pb) 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40，“化学純”。

硫化氢水，按ГОСТ 4517—48配制。

含 Pb^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 5 g 样品称准至 0.01g，并加热溶解于 80ml 水中。冷却后用醋酸中和溶液(用石蕊試紙)并过滤。把 1 ml 醋酸和 20ml 硫化氢水加入滤液中。

如試液所呈现的顏色經過 10 分 鐘不深于标准溶液所呈现的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积中含有 1 ml 醋酸，同量的硫化氢水及下列 Pb 量：

“化学純”样品……………0.025 mg Pb

“分析純”样品……………0.05 mg Pb

“純”样品……………0.1 mg Pb

11. 鉄(Fe)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12，“分析純”。

磺醴水杨酸，ГОСТ 4478—48，10%溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%溶液。

含 Fe^{+++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 2 g 样品，称准至 0.01g，并加热溶解于 40ml 水中。加約 2 ml 盐酸于溶液中，使呈酸性反应(用石蕊試紙)。冷却溶液。用水至 45ml，加 2 ml 磺醴水杨酸溶液于其中，搅拌之，加 5 ml 氨液并重新搅拌。

試 劑。 四 硼 酸 鈉

ГОСТ 4199—48

如試液所呈現的顏色不深于用下法配制的溶液顏色時，則認為樣品符合標準。

把 2 ml 磺醢水楊酸溶液加到 45 ml 水中，其中含有：

“化學純”樣品……0.006 mg Fe

“分析純”樣品……0.01 mg Fe

“純”樣品……0.02 mg Fe

攪拌之，再加 5 ml 氨液並重新攪拌。

注：如鹽酸含有鐵時，必須加以適當的校正。

12. 砷 (As) 含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，“化學純”，比重 1.11

和比重 1.84。

無砷的金屬鋅，ГОСТ 989—41。

溴化汞試紙，ГОСТ 4517—48。

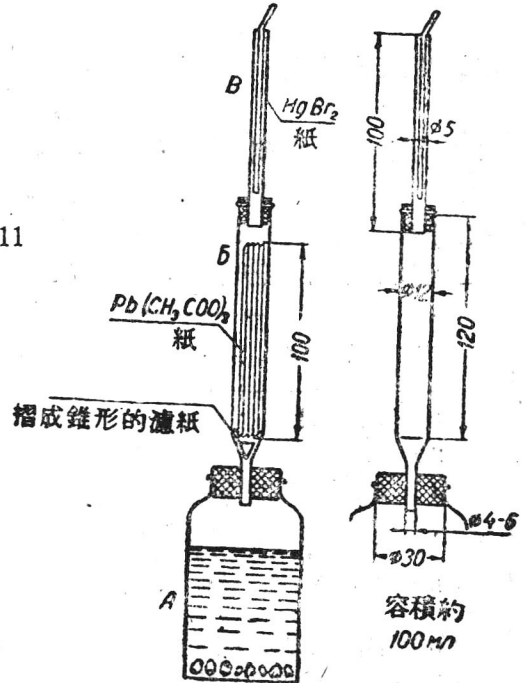
醋酸鉛試紙，ГОСТ 4517—48。

含 As 溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 1 g 樣品秤准至 0.01 g 並加熱溶解於 70 ml 水中。用硫酸(比重 1.11)中和溶液(用石蕊試紙)放入儀器的廣口瓶中(見圖)並加 5 g 鋅與 10 ml 硫酸(比重 1.84)。



如因受試液作用之反應所得到的溴化汞試紙顏色二小時後不深於因受標準溶液作用之反應所得到的溴化汞試紙顏色時，則認為樣品符合標準，標準溶液為同體積中含有 5 g 鋅，10 ml 硫酸(比重 1.84)及下列 As 量：

“化學純”樣品……0.001 mg As

“分析純”樣品……0.005 mg As

“純”樣品……0.01 mg As

13. 碳酸鹽(CO₃)含量的測定

一) 需用試劑：

鹽酸，按 ГОСТ 3118—46，比重 1.12。

蒸餾水。

二) 試驗手續

取 2 g 樣品，溶解於 40 ml 水中。將溶液過濾，並加 5 ml 鹽酸於濾液中。

如不發生氣泡時(對“化學純”與“分析純”樣品而言)，則認為樣品符合標準，如不是大量放出氣泡，無響聲，(對“純”樣品而言)，則認為樣品符合標準。

IV. 包裝及標志

14. 樣品之包裝及標志按 ГОСТ 3885—47 進行之。包裝形式為 1 或 5。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 83—41
	試 剂 無 水 碳 酸 鈉 分子量(按1940年国际原子量) —106.00 $\log=2.02531$	代替 OCT 7390 HKTH 544
		Л 5 1 組

I. 分 类

1. 按无水碳酸钠中杂质之含量, 将样品分为“化学纯”, “分析纯”及“纯”三种。

II. 技术条件

2. 本样品为白色粒状粉末, 溶于水。
3. “化学纯”“分析纯”及“纯”各品级样品中之主要物质—— Na_2CO_3 的百分含量(将样品灼烧后计算)不得少于99.8%。
4. 容许杂质的最大含量, 以%计:

容 许 的 杂 质	“化 学 纯”	“分 析 纯”	“纯”
(1) 灼烧减量	I	1	1.5
(2) 水不溶物	0.005	0.01	0.02
(3) 氯化物—以 Cl^- 计	0.001	0.002	0.005
(4) 总硫量—硫酸盐, 亚硫酸盐, 硫代硫酸盐, 硫化物, 以 SO_4^{2-} 计	0.004	0.006	0.01
(5) 总氮(N)量—硝酸盐, 亚硝酸盐及氨等	0.001	0.001	0.002
(6) 矽酸—以 SiO_2 计	0.003	0.003	0.01
(7) 磷酸盐—以 PO_4^{3-} 计	0.002	0.002	0.005
(8) 氨沉淀物	0.005	0.01	0.03
(9) 钙及镁	0.01	0.02	0.02
(10) 硫化氢沉淀的重金属	0.0005	0.0005	0.001
(11) 铁(Fe)	0.0001	0.0003	0.001
(12) 砷(As)	0.00005	0.00005	0.00005
(13) 钾(K)	0.005	0.005	0.02

III. 驗 收 規 則

5. 由每批样品中分别进行取样。
6. 每瓶须经外观检查, 为得到平均试样, 可从所提交的总瓶数中选出, 可选出该批选出的瓶数不得超过10%, 如当小批时也不少于三瓶。从选出之每瓶中按数量多少比例取出样品, 置于洁净干燥之磨口塞瓶中, 小心混和之, 所取样品之总重不得少于0.5kg。
7. 将平均样品分为两份, 分置于二洁净干燥之严密磨口塞瓶中, 瓶塞复以石蜡或胶膜, 在每瓶上贴以标签注明: 出品厂名称, 试剂名称, 品级, 批号, 及取样日期等, 每瓶并需有买卖双方之封印, 一瓶交与买方, 一瓶交与卖方, 卖方应将该样品保存三个月, 在此三个月内, 买方可向卖方提出异议, 如卖方不同意, 则将卖方保存之样品, 送作仲裁分析, 选

苏联化学工业
人民委员会提出

全苏标准委员会批准
1941年1月8日

实 施 日 期
1941年6月15日

样地点与仲裁試驗室之选择由双方議定。

IV. 試驗方法

8. 碳酸鈉(Na_2CO_3)百分含量及灼烧減量之測定

取約 2 g 样品称准至 0.0002g, 置于已权重之白金坩埚內, 将坩埚放沙浴上, 使鍋外之沙面不低于坩埚內样品之表面, 逐渐加热至 $270^\circ\text{—}300^\circ\text{C}$ (預置溫度計于沙浴中靠近坩埚)。

灼烧至恒重, 算出灼烧減之百分数, 将剩余物溶于 50ml 水中, 以 1N 盐酸或硫酸滴定之, 使甲基橙由黄色变为橙色, 然后煮沸溶液 2—3 分钟 (使逐出 CO_2), 冷却后, 如溶液复呈黄色, 則繼續滴定至橙色, 1 ml 酸 $1\text{N}0.53\text{gNa}_2\text{CO}_3$, $\log = 2.72428$ (按灼烧过之样品計算)。

9. 杂质含量之測定:

測定杂质含量时, 样品应称准至 0.01g。

1) 水不溶物

将 10g 样品放瓷皿內, 溶于 200ml 冷水中。用过滤坩埚 A, 或古氏坩埚过滤, 用 100ml 热水洗涤滤紙上之沉淀在 $105^\circ\text{—}110^\circ\text{C}$ 烘干至恒重。

沉淀的重量不得超过:

“化学純”样品……………0.5mg

“分析純”样品……………1 mg

“純”样品……………2 mg

2) 氯化物—以 Cl^- 計:

将 2 g 样品溶于 25ml 水中, 用不含 Cl^- 的硝酸(比重 1.15)中和之(約需 8 ml), 以石蕊試紙为指示剂。加水稀释至 40ml, 再加 2 ml 硝酸, 必要时, 用滤紙过滤, 滤紙先用热水洗涤三次, 加入 1 ml 0.1N 硝酸銀, 十分钟后生成之乳色不应深于标准溶液的乳色, 标准溶液为同体积內含有 2 ml 硝酸, 1 ml 0.1N 硝酸銀及下列的 Cl^- 量:

“化学純”样品……………0.02mg Cl^-

“分析純”样品……………0.04mg Cl^-

“純”样品……………0.1 mg Cl^-

注: 标准 Cl^- 溶液之制配: 取預先經稍为烧灼的“化学純”氯化鈉 1.64g 溶于水, 并稀释至 1l (溶液 A) 稀释 4 ml 溶液 A 至 100ml, (溶液 B) 1 ml 溶液 B 含有 0.04mg Cl^- 。

3) 硫—硫酸盐, 亚硫酸盐, 硫代硫酸盐, 硫化物之总硫量—以 SO_4^{2-} 計。

取 10g 样品溶于 60ml 水中, 加 5 滴饱和溴水后, 煮沸之, 冷却后, 用盐酸(比重 1.12)中和之, 以石蕊試紙为指示剂, 然后再加 1 ml 盐酸, 煮沸至溴完全消除, 必要时, 可过滤。

用水稀释滤液至 100ml, 煮沸, 加 5 ml 10% 的氯化銀溶液, 置 18—20 小时, 然后用磁过滤坩埚 A, 或古氏坩埚过滤, 沉淀用冷水洗至无 Cl^- 反应, 烘干, 灼烧至恒重。

灼烧沉淀的重量不得超过:

“化学純”样品……………1 mg

“分析純”样品……………1.5mg

“純”样品……………2.5mg

BaSO_4 重量換算为 SO_4^{2-} 重量之系数 = 0.41153, $\log = 1.61440$ 。

注: 1. 如所用盐酸及溴水中含有 SO_4^{2-} 时, 則作校对試驗, 將計算結果加以校正。

2. 如无瓷过滤坩堝时, 可用玻璃隔板坩堝 №: "Дружная Горка", 用冷水洗滌滤过之沉淀后, 在 150°C 烘干至恒重。

4) 氮(N) — 硝酸盐, 亚硝酸盐及氨水之总氮量

在250ml之平底烧瓶中, 用50ml水溶解样品5g, 加入20ml 10%的化學純氢氧化鈉溶液与0.5g节瓦尔德合金, 用塞子盖好塞上连接有內盛稀硫酸(比重1.84)溶液(1:3)的双球管, 置三小时, 时时搖动, 然后且反应瓶中用带有精溜球之冷凝器蒸出液体50ml., 倒入100ml带有磨砂塞之量筒中, 筒內盛以50ml水。

于所得溶液(100ml)中, 加入2ml 納氏試剂, 混和之。

量筒內溶液生成之顏色不得深于标准液之顏色, 标准液为同体积內含有同量之納氏試剂及下列N量:

“化學純”及“分析純”样品……………0.05mgN

“純”……………0.1mgN

注: 1. 由于所用氢氧化鈉可能含有少量的氮, 所以預先加入节瓦尔德合金煮开3小时, 提純10%的氢氧化鈉溶液, 然后以沸水将此体积稀釋至原来体积。

2. 为保持試驗条件一致, 用节瓦尔德合金处理后的标准溶液須含有50ml 蒸餾液。

砒之处理及蒸餾分別进行。用带有接收器的冷凝器, 由試驗所用砒, 水及合金的三倍量中蒸餾出150ml液体, 移入装有90ml水的接受器中。取80ml此液体配制每份标准溶液。

3. 标准氮溶液之配制: 取3.819g在 100°C 預先干燥的化學純, 氯化銨溶于水, 稀釋至1l—溶液A。将5ml溶液A稀釋至100ml—溶液B。

1ml溶液B含有0.05mg氮。

4. 納氏試剂配制如下: 在瓷皿內將6g氯化汞溶解于热至 80°C 的50ml水中, 然后, 加入碘化鉀溶液(7.4g溶于50ml水中)冷却。傾泄上层液体并用傾泻法以冷水洗滌沉淀三次(每次20ml)然后加入5g碘化鉀, 以及足使碘化汞溶解, 所需要量的水。于此溶液中加入20g氢氧化鈉(溶于量水中), 冷却后, 稀釋至100ml很好靜置液体并保存于暗处。

5) 砒酸及磷酸盐——以 SiO_3^{2-} 及 PO_4^{3-} 計

在白金皿內溶解5g样品于30ml水中, 加入2—3滴 α -二硝基酚或 β -二硝基酚之饱和水溶液, 以5N硝酸溶液中和至无色为止。然后以水稀釋至100ml, 并将其移入250ml之分液漏斗中。其中加1ml 5N硝酸溶液及6ml 10%的鉬酸銨, 然后混勻, 靜置5分钟, 再加10ml 5N的硝酸溶液及5ml 丁醇, 将分液漏斗內的全部溶液振蕩之。

PO_4^{3-} 和 SiO_3^{2-} 及所生成的黄色磷鉬酸与砒鉬酸, 从溶液中可輪流萃取, 使其分离按次进行。

提取磷鉬酸, 于溶液中加入30ml 丁醇与三氯甲烷之混合液(見注1)混和之, 将分液漏斗翻轉15—20次(不是振搖)至靜止后下层液体为透明, 上下层液分清后, 放出下层, 使流入100ml之錐瓶中。用丁醇稀釋至35ml, 与标准液比較顏色之深度来决定样品中 PO_4^{3-} 之含量。

砒鉬酸之提取, 于分液漏斗內的其余溶液中加入10ml 5N的硝酸溶液, 30ml 丁醇, 混和之, 翻轉漏斗15—20次。靜置至液层分清, 然就弃去下层液, 将上层液置于100ml之錐形瓶中, 用丁醇稀釋至35ml, 与标准液比較顏色之深度来决定样品中 SiO_3^{2-} 之含量。

試 剂。 无 水 碳 酸 鈉

ГОСТ 83—41

标准溶液之配制：在分液漏斗中盛水100ml，水中含有 SiO_3^{2-} 及 PO_4^{3-} （“化学純”及“分析純”样品含有0.15mg SiO_3^{2-} 及0.1mg PO_4^{3-} “純”样品含0.5mg SiO_3^{2-} 及0.25mg PO_4^{3-} ）然后加入1 ml 5N硝酸溶液 6 ml 10%的鉬酸鉍液（10%），混和之，靜置5分钟，然后加10ml 5N硝酸溶液，与5 ml 丁醇，振搖之，下面的分析手續与試液相同。

注：1. 丁醇与三氯甲烷之混合液：取一体积丁醇与三体积三氯甲烷混合即得。

2. 5 N的硝酸溶液的配制：稀釋硝酸使其比重由1.4 变为 1.165 可用 1 N 氢氧化鈉大約滴定，則对与酸要消耗 24—26ml 1 N 的氢氧化鈉溶液。

3. SiO_3^{2-} 标准液之配制：按 OCT 10 154—39 或 Тредвелл-Голл (“分析化学”第二册之重量分析部分第447頁 1935年出版)所述方法分析矽酸鈉样品 $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 中 SiO_2 之含量。

按照分析結果計算 $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 之用量來制配 SiO_3^{2-} 标准液使每 1 l 內含有 1 g SiO_3^{2-} 一溶液 A 將 10ml 溶液 A 用水稀釋至 100ml 溶液 B。

1 ml 溶液 B 含有 0.1mg SiO_3^{2-} 。

4. 配制 PO_4^{3-} 之标准液：溶解 1.433g 磷酸鉀“化学純”于水中，稀釋至 1 l 溶液 A。

將 10ml 溶液 A 稀釋至 100ml 一溶液 B。

1 ml 溶液 B 含有 0.1mg PO_4^{3-}

6) 氨之沉淀物：

在烧杯內溶解 10g 样品于 50ml 水中；以甲基橙为指示剂，用化学純的盐酸（比重 1.12）中和所得溶液，需要时，將溶液过滤，然后于溶液中加入 0.5ml 硝酸溶液（比重 1.15），加热至沸，加入 0.5g 化学純氯化鉍及不含 CO_2 10% 的氨液（參看 Тредвелл-Голл “分析化学教程”第二册重量分析第 166 頁 1935 年出版）至呈硷性反应，用表玻璃盖好烧杯后，置水浴上 30 分钟，始終保持溶液之硷性。

滤出沉淀（保存无洗液的滤液以供鈣鎂测定之用之用 2.5% 的硝酸鉍溶液（硝酸鉍应預先加甲基紅后，用氨液中和之）洗滌至无 Cl^- 反应，烘干沉淀，灼烧至恒重。

沉淀之重量不得超出下列数值：

“化学純”样品…………… 0.5mg

“分析純”样品…………… 1 mg

“純”样品…………… 3 mg

7) 鈣与鎂：于上面测定所得之滤液中加入 15ml 10% 的氨液，5 ml 4% 的草酸鉍液及 2 ml 10% 的磷酸鉍溶液。

过滤沉淀經 18—20 小时后用含有 0.5% 草酸鉍及 2.5% 氨液的水洗滌至无 Cl^- 反应，灼烧至恒重。

灼烧至沉淀不得超过下列数值：

“化学純”样品…………… 1 mg

“分析純”样品…………… 2 mg

“純”样品…………… 2 mg

8) H_2S 沉淀的重金属

取 5 g 样品溶于 25ml 水中，以石蕊試紙为指示剂，小心用化学純盐酸（比重 1.12）中和，然后加数滴氨水至呈弱硷性，加入 1 ml 化学純冰醋酸，必要时可过滤之，稀釋滤液至 40ml 后，加入 10ml 新鮮配制之水 H_2S 溶液。

溶液所得到的顏色十分鐘后不得深于同样条件下之标准溶液的顏色，标准液为同体积內含有同量冰醋酸，新鮮硫化氫水及下列Pb量：

- “化学純”及“分析純”……………0.025mgPb
 “純”样品……………0.05mgPb

注：稀标准液之制备：溶解 1.831g 新結晶的化学純醋酸鉛 $(PbCH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ 于水中，以 1 ml 化学純冰醋酸，使其酸化，稀釋至 1 l—溶液A。

將 5 ml 溶液A 水稀釋至 200ml—溶液B。

1 ml 溶液B 含有 0.025mgPb。

9) 鐵(Fe)

溶解 3g 样品于 15ml 水中，以石蕊紙为指示剂用純盐酸(比重 1.12) 中和之，然后再加三滴盐酸。加水至 25ml 加入 2 ml 10% 的磺醢水杨酸溶液混勻，加入 5 ml 10% 的氨液再混勻。溶液所生成的黄色不得深于标准溶液的顏色，标准溶液按下法配制：

25ml 水，其中含有下列Fe量：

- “化学純”样品……………0.003mg Fe
 “分析純”样品……………0.009mg Fe
 “純”样品……………0.03mg Fe

于此溶液中加入磺醢水杨酸，搖勻后再加 5 ml 10% 的氨液重新混勻之。

注：鐵标准溶液之配制：溶解 8.635g 化学純鉄銨矾于水中加 25ml 磺醢(比重 1.11) 酸化，并加水稀釋至 1 l—溶液A。

取 6 ml 溶液A 加水稀釋至 1 l—溶液B。

1 ml 溶液B 含有 0.006mg 鉄。

溶液B 仅在配制当天有效。

10) 砷(As)

溶解样品 5g 于 30ml 水中，用硫酸(比重 1.11) 中和，以石蕊試紙为指示剂，加水至 70ml，然后注入 Зангер-Блэк 仪器內。[Тредвелл-Голл “分析化学教程”第二卷第一部分重量分析 225 頁，1935 年版]——于 100ml 之玻瓶中加入 10% 二氯化錫溶液，10ml “化学純”硫酸(比重 1.84) 小心混和溶液，并加 5g 无砷之鋅块，其大小尽可能相同。

升汞紙上所得之顏色經 1.5—2 小时后不得深于同样条件下标准溶液中試紙之顏色，标准溶液为同体积內含有同量之硫酸，二氯化錫及下列As量：

- “化学純”样品……………0.0025mg As
 “分析純”样品……………0.0025mg As
 “純”样品……………0.0025mg As

注：1. As 标准溶液之配制：溶解 1.320g 化学純 As_2O_3 于适量之 10% 氢氧化鈉溶液，以水稀釋至 1 l—溶液A。

取 5 ml 溶液A 加水稀釋至 1 l—溶液B。

1 ml 溶液B 含有 0.005mgAs。

2. 升汞紙依下述方法配制：以冷的氯化汞飽和溶液(氯化汞之溶解度在 20°C 时 100ml 水溶解 6.2g) 湿润紧密的无灰濾紙，然后分散于水平玻璃板上，在空气中干燥之。

干燥之濾紙再一次用氯化汞浸湿，重新干燥，保存于有磨砂玻璃之玻瓶中。

11) 鉀(K)

溶解样品 3g 于 15ml 水中，用硝酸（比重 1.15）中和之，以石蕊試紙为指示剂，在水浴上蒸干，蒸发后所得之残渣，溶解于 15ml 水中，加 5 ml 20% 硝酸鈷鈉經過 18—20 小时后所生成之沉淀不得超过标准溶液中所生成之沉淀，标准溶液为（与試液同时配制）体积內含有 5 ml，硝酸鈷鈉 4.8g “化学純”硝酸鈉或 3.3g “化学純”氯化鈉（上述試剂均不含鉀）及下列 K 量：

“化学純”及“分析純”样品……………0.15mgK

“純”样品……………0.6mgK

注：1. 标准鉀液之配制：溶解 1.907g 化学純氯化鉀于水中，并稀釋至 1 l—溶液 A。

将 30ml 溶液 A 加水稀釋至 100ml—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含有 0.3mgK。

2. 硝酸鈷鈉配制方法如下：溶解 150g 亚硝酸鈉于 150ml 水中，加热至 45—50°C，在攪拌下，加入 50g 分析純硝酸鈷，加 25ml 冰醋酸于混合液中，（除去游离 HNO₂）加 150ml 96% 精溜乙醇含盐沉淀，用乙醇洗滌沉淀，并在空气中干燥之。

3. 如果没有不含鉀之氯化鈉及硝酸鈷，可采用下述方法进行：10g 化学純氯化鈉或 14.5g 化学純硝酸鈉溶解于 36ml 新配制的 20% 硝酸鈷鈉溶液中，靜置一夜，滤去析出之沉淀每标准溶液可取滤液 17ml 加入适量之鉀标准液然后令每試样之体积为 20ml。

V. 包装及标志

10. 无水碳酸鈉包装于有磨砂玻塞或木塞之玻璃瓶中。

玻璃塞上用油紙复盖。

木塞下部用油紙保护，上面則用石蜡或胶膜封口并盖以油紙。

各品級淨重为 0.1—5 kg，1 kg 以下各相差 100g，1 kg 以上則相差 250g。

11. 每瓶貼以标签注明：

出品名称，試剂名称，品級（“化学純”，“分析純”，“純”）制造日期，試剂重量，批号，分析項目，檢驗者簽証，及 ГОСТ 83—41。

代替：

ГОСТ 4239—48 代替 OCT 10154—39

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 84—41
	試 剂 結晶碳酸鈉 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 分子量——286.16 (根据1940年 国际原子量); $\log = 2.45661$	代替 OCT 7391 HKTH 545
		Л 5 1 組

I. 分 类

1. 按碳酸鈉中杂质的含量, 将样品分为: “化学純”, “分析純”及“純”三种。

II. 技术条件

2. 样品应为无色透明之結晶, 溶于水。
3. 三种品类质, “化学純”, “分析純”及“純”之样品中, 其主要物质 Na_2CO_3 的百分含量皆不应少于99.8% (以干样計算)。
4. 容許杂质之最大量, 以%計:

容 許 杂 质	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(以 Cl^- 計)	0.0005	0.001	0.003
(3) 总硫量(硫酸盐, 亚硫酸盐, 硫代硫酸盐及硫化物等—以 SO_4 計)	0.002	0.003	0.005
(4) 总氮量(硝酸盐, 亚硝酸盐, 氨等—以N計)	0.0005	0.0005	0.001
(5) 矽酸(以 SiO_4 計)	0.001	0.001	0.005
(6) 磷酸盐(以 PO_4 計)	0.0005	0.0005	0.002
(7) 氨水沉淀物	0.002	0.004	0.01
(8) 鈣及鎂	0.005	0.01	0.01
(9) 硫化氢沉淀的重金属	0.0003	0.0003	0.0005
(10) 鉄(Fe)	0.00005	0.00015	0.0003
(11) 砷(As)	0.00003	0.00003	0.00003
(12) 鉀(K)	0.003	0.003	0.01

III. 驗收規則

5. 每批样品分別取样。
6. 每瓶样品須經外观检查, 由每批总瓶数中选出10%瓶以上, 从其中取平均試样, 至少选出三瓶, 从各瓶中按比例取出适量之样品, 置于洁淨干燥之瓶中, 小心混和之, 选出試样之总量不应少于1 kg。
7. 将平均样品分为两份, 分置于二洁淨干燥附有磨砂玻塞之玻璃瓶中塞上用石蜡或胶膜封好, 每瓶貼以标签并注明, 制造厂名称, 样品名称, 品級, 批号, 及取样日期。
- 每瓶需有买卖双方之封印。
- 一瓶交与买方, 另一瓶則由卖方从取样日起保存三个月。
- 在此三月内买方可以向卖方提出异議。

苏联化学工业
人民委员会提出

全苏标准委员会批准
1941年1月8日

实 施 日 期
1941年2月15日

試 劑。 結 晶 碳 酸 鈉

ГОСТ 84—41

如賣方不同意則將其保存之樣品送交作仲裁分析。

取樣地點及仲裁分析之試驗室由雙方協議決定之。

IV. 試驗方法

8. 碳酸鈉 (Na_2CO_3) 百分含量之測定

稱取樣品約 6 g, 稱准至 0.0002g, 置于已稱重之白金坩堝內并于硫酸干燥器中保持 2 4 小時。然後將盛有樣品的坩堝置于沙浴上使坩堝外之砂面不低於其內部樣品之表面, 逐漸加熱至 270°C — 300°C (先插溫度計于沙浴中靠近坩堝)。

焙燒直至恒重, 將焙燒後所得殘渣溶解于 50ml 水中, 以 1 N 鹽酸或硫酸滴定至甲基橙由黃色轉變為橙色, 然後煮沸溶液 2—3 分鐘 (逐去二氧化碳)。

冷卻後, 如溶液復呈黃色則繼續滴定使顏色由黃色轉變為橙色。1 ml 1 N 酸相當于 $0.053\text{gNa}_2\text{CO}_3$; $\log = 2.72428$ (以干樣計算)。

9. 雜質含量之測定:

測定雜質含量時將樣品稱准至 0.01g。

一) 水不溶物

將 20g 樣 80 置于瓷蒸發皿內, 溶解于 200ml 冷水中。用瓷過濾坩堝 (A_1) 或古氏坩堝。過濾該溶液將坩堝內殘渣用 100ml 熱水洗滌, 在 105 — 110°C 烘干至恒重。

殘渣重量不得大於下列重量。

“化學純”樣品……………0.4mg

“分析純”樣品……………1 mg

“純”樣品……………2 mg

二) 氯化物 (以 Cl^- 計)

將 4 g 樣品溶解于 25ml 水中, 用不含 Cl^- 的硝酸 (比重 1.15 約需 7 ml) 中和之, 以石蕊試紙為指示劑。將所得溶液用水稀釋至 40ml, 再加 2 ml 硝酸 (比重 1.15) 必要時, 用濾紙過濾溶液, 以熱水洗滌三次, 于濾液中加入 1 ml 0.1N 硝酸銀溶液。

所呈現之乳色經十分鐘後不得深于標準溶液所呈現之乳色; 標準溶液為與試液同樣體積內含有 2 ml 同樣的硝酸 1 ml 0.1N 硝酸銀溶液及下列 Cl^- 量:

“化學純”樣品……………0.02mg Cl^-

“分析純”樣品……………0.04mg Cl^-

“純”樣品……………0.12mg Cl^-

注: 標準 Cl^- 溶液之配制: 溶解 1.649g 預先稍灼燒之“化學純”氯化鈉于水中, 加水稀釋至 1 l—溶液 A

取 4 ml 溶液 A 加水稀釋至 100ml—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.04mg Cl^- 。

三) 總硫量——硫酸鹽, 硫化物, 硫代硫酸鹽, 亞硫酸鹽等以 SO_4^{2-} 計。

稱取 20g 樣品, 溶于 60ml 水中, 加 5 滴飽和溴水後, 加熱至沸, 冷卻後用化學純鹽酸 (比重 1.12) 中和之, 以石蕊試紙作指示劑, 再加 1 ml 鹽酸加熱至溴完全除去, 必要時可過濾, 加水稀釋濾液至 100ml, 加熱煮沸, 加 5 ml 10% 氯化銀溶液靜置 18—20 小時, 然後用瓷過濾坩堝 (A_1) 或古氏坩堝 (Тигель Гуча) 過濾。

將坩堝內殘渣用冷水洗至無氯根反應, 烘干并灼燒至恒重。

灼烧残渣之重量不得大于下列重量：

- “化学純”样品…………… 1 mg
- “分析純”样品…………… 1.5mg
- “純”样品…………… 2.5mg

由BaSO₄換算为SO₄²⁻之因数为0.41153, log = 1.61440。

注：1. 如所用之盐酸及溴水中含有SO₄²⁻，則需作校对試驗并在所得結果中加以校正。

2. 如无瓷坩埚可用多孔底的玻璃坩埚 NO₄ “Дружная горка”，將滤出残渣用冷水洗滌，然后于 150°C 烘干至恒重。

四) 总氮量——硝酸盐，亚硝酸盐，氨等。

將10g 样品置于250ml 平底烧瓶內，溶解于 50ml 水中，于溶液中加入 20ml 10% 化学純氢氧化鈉溶液与 0.5g Девард 合金；烧瓶塞以木塞，塞上連有稀硫酸的双球管（比重 1.84 的硫酸稀或 1:3）關置 3 小时，时时搖动瓶內所含物。然后自反应瓶中經過附有精溜球之冷凝器蒸出 50ml 液体，流入附有磨砂玻塞預盛 50ml 水之 100ml 量筒內，于所得溶液（100ml）中加入 2 ml 納氏試剂充分混勻之。

量筒中所生成之顏色不得深于标准溶液中所生成之顏色；标准溶液为与試液同体积內含有同量的納氏試剂及下列 N 量：

- “化学純”与“分析純”样品…………… 0.05mgN
- “純”样品…………… 1 mgN

注：1. 由于所用之氢氧化鈉可能含有少量含氮物質，故預先將 10% 氢氧化鈉溶液与 Девард 合金煮沸二小时，然后加煮沸过之水至原体积。

2. 为了保持試驗条件的一致，在用节瓦尔德合金处理驗后每份标准溶液应含有 50ml 的蒸餾液分別进行驗之处理及蒸餾；由試驗所用驗水，及节瓦尔德合金之三倍量之混合液中，付有精溜球之冷凝器蒸出 150 ml 液体于預盛有 90ml 水之接受器中，每份标准溶液取該液体 80ml 来配制。

3. 氮的标准溶液之配制：溶解 3.819g 預先在 100°C 烘干之化学純氯化銨于水中加水稀釋至 1 l—溶液 A。將 10ml 溶液 A 加水稀釋至 100ml—溶液 B
1 ml 溶液 B 含 0.1mg 氮。

4. 納氏試剂配制如下，在瓷蒸发皿中溶解 6 g 氯化高汞于 50ml 水中，加热至 80°C，然后加入 KI 溶液（7.4 g 溶于 50ml 水中）；將所得溶液冷却后，將液体傾出，剩下沉积的沉淀用傾瀉法以冷水洗滌三次（每次 20ml）。然后加 5 g 碘化鉀及少量水，溶解碘化高汞于所得溶液中，加入 20g 溶于少量水中之氢氧化鈉，待溶液冷却后，加水稀釋至 100ml。將溶液妥为放置并保存于量暗处。

五) 矽酸(以 SiO₃²⁻ 計)及磷酸盐(以 PO₄³⁻ 計)

將 10g 样品置于白金坩內，溶解于 30ml 水中，加 2—3 滴二硝基代苯酚及 β—二硝基紅苯酚之飽和溶液，以 5 N 硝酸溶液中和至无色。然后加水稀釋至 100ml 并移入 250ml 之分液漏斗中，于分液漏斗之溶液中加入 1 ml 5N 之硝酸溶液及 6 ml 鉬酸銨溶液，然后将溶液混勻，放置 5 分钟，再加 10ml 5N 硝酸溶液，5 ml 丁醇并搖动。

然后将由 PO₄³⁻ 及 SiO₃²⁻ 所形成的黄色磷鉬酸和矽鉬酸，自溶液中輪流提取使其分离。磷鉬酸之提取可于溶液內加 30ml 丁醇和三氯甲烷的混合液（見注 1），將漏斗来回倒轉 15—20 次（不是搖动）混勻液体，直至靜置后下层液体成为透明。

分层以后，令下层液体流入 100ml 的錐形瓶中，并加丁醇使其体积达 35ml。

將瓶內溶液之顏色与 PO₄³⁻ 的标准溶液之顏色比較以測定样品中 PO₄³⁻ 含量。

試 劑。 結 晶 碳 酸 鈉

ГОСТ 84—41

再进行矽鉬酸之提取，为此于分液漏斗內剩余溶液中加入 10ml 5N 硝酸 30ml 丁醇并将分液漏斗倒轉15—20次混匀液体。

澄清并分层后，由漏斗內将下层液体抛去，上层液体則置于100ml 的錐形瓶內，加入丁醇使其体积达35ml。

将瓶內溶液的顏色与 SiO_3^{2-} 标准溶液的顏色相比較，以測定样品內 SiO_3^{2-} 的含量。

标准溶液之配制如下法：

于有100ml 水之漏斗內加入下列的 SiO_3^{2-} 及 PO_4^{3-} 量：

“化学純”及“分析純”样品……………0.1mg SiO_3^{2-} 和0.05mg PO_4^{3-}

“純”样品……………0.5mg SiO_3^{2-} 和0.2mg PO_4^{3-}

加 1 ml 5N 硝酸，6 ml 10% 鉬酸鉍溶液，搅拌，使溶液放置 5 分钟，然后加 10ml 5N 硝酸和 5 ml 丁醇，搖匀，以后之分离手續悉与試液之分离相同。

注：1) 丁醇与三氯甲烷混合液之配制：将一体积丁醇和三体积三氯甲烷混合。

2) 5 N 硝酸溶液之配制：将硝酸稀釋（比重1.4至比重1.165）。5 N 硝酸最好用粗略滴定檢驗 5 N 硝酸之浓度 5 ml 的酸应消耗 24—26ml 1 N NaOH 溶液。

3) SiO_3^{2-} 标准液用下法配制：按OCT10154—39或 ТредВелл-Голл “分析化学”第二卷第一篇“重量分析”第447頁1935年版，分析矽酸鈉 $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 样品中 SiO_2 之含量。

根据所得結果計算配制 SiO_3^{2-} 标准溶液所需藥品重量使 1 l 內含有 1 g SiO_3^{2-} —溶液A。

将10ml 溶液A用水稀釋至 100ml—溶液B。

1 ml 溶液B含有 0.1mg SiO_3^{2-} 。

4) PO_4^{3-} 标准溶液之配制：溶解 1.433g 化学純磷酸二氢鉀 KH_2PO_4 于水中，并加水稀釋至 1 l—溶液A。

将 5 ml 溶液A用水稀釋至100ml—溶液B

1 ml 溶液B含有 0.05mg PO_4^{3-} 。

六) 氨水沉淀物：

溶解25g 样品于盛有50ml 水的烧杯內，用化学純盐酸（比重1.12）中和所得的溶液，以甲基紅做指示剂，必要时将溶液过滤。然后于溶液中加入0.5ml 硝酸（比重1.15），加热溶液至沸騰，加入0.5g 化学純的 NH_4Cl 及 10% 不含 CO_2 之氨水 ТредВелл-Голл “分析化学”第二卷第一篇“重量分析”第166頁，1935年版）至呈硷性反应，并在沸騰的水浴上放置30分钟，用表玻璃盖住烧杯，并注意在此時間內始終为硷性反应。

过滤析出之沉淀（保留滤液用为測定鈣与鎂，弃去洗水），用热的2.5% 硝酸鉍溶液（預先用氨水中和以甲基紅作指示剂）洗滌滤紙上的沉淀，直至无氯根反应，烘干并灼燒至恒重。

烧灼后沉淀之重量不应大于：

“化学純”样品……………0.5 mg

“分析純”样品……………1 mg

“純”样品……………2.5 mg

七) 鈣和鎂

于氨水沉淀物之滤液中（见第六条），加 15ml 10% 的氨液，5 ml 4% 的草酸鉍溶液和 2 ml 10% 的磷酸鉍，經18—20 小时后过滤析出之沉淀，用水（含0.5% 草酸鉍和 2.5% 鉍液）洗至无 Cl^- 反应并灼燒至恒量。

燒灼后沉淀之重量不應大於：

“化學純”樣品……………1.2mg

“分析純”樣品……………2.5mg

“純”樣品……………2.5 mg

八) H_2S 沉淀之重金屬

溶解 10g 樣品于 25ml 水中；用化學純鹽酸(比重 1.12) 小心中和所得的溶液，并以石蕊試紙作指示劑，然后加入幾滴氨液至呈弱鹼性反應。于弱鹼性溶液內加入 1 ml 冰醋酸，必要時過濾之，于濾液中加水使其體積達 40ml，并加 10ml 新配製之 H_2S 水，經 10 分鐘后所得溶液的顏色不得深于標準溶液的顏色；標準溶液為與試液同體積內含同量冰醋酸，新配製的 H_2S 水，及下列 Pb 量：

“化學純”及“分析純”樣品……………0.03mg Pb

“純”樣品……………0.05mg Pb

注：Pb 標準溶液之配製：溶解 1.831g 新重結晶化學純的醋酸鉛 $Pb(Ac)_2 \cdot 3H_2O$ 于水中，用 1 ml “化學純冰醋酸酸化”，并將溶液稀釋至 1 l—溶液 A。

取 10ml 溶液 A 加水稀釋至 200ml—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.05mg Pb。

九) 鐵(Fe)

溶解 6g 樣品于 15ml 水中，用“化學純”鹽酸(比重 1.12) 中和該溶液，并以石蕊試紙作指示劑，然后多加 3 滴該鹽酸。加水使溶液的體積達 25ml，加 2 ml 10% 磺醯水楊酸，然后攪拌溶液，加 5 ml 10% 氨液，再攪拌，所形成的黃顏色不得深于標準溶液的顏色；標準溶液用下法配製。

于 25ml 水中含有：

“化學純”樣品……………0.003mg Fe

“分析純”樣品……………0.009mg Fe

“純”樣品……………0.018mg Fe

加入 2 ml 10% 磺醯水楊酸溶液，攪拌溶液，然后加 5 ml 10% 氨液并再攪拌。

注：Fe 標準溶液之配製：溶解 8.635g 化學純鐵銨矾于水中用 25ml 硫酸(比重 1.11) 酸化，加水稀釋至 1 l—溶液 A。取 6 ml 溶液 A 加水稀釋至 1 l—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.006mg Fe。

溶液 B 僅适用于配製之當日。

十) 砷(As)

溶解 10g 樣品于 30ml 水中，用硫酸(比重 1.11) 中和，并以石蕊試紙作指示劑，將所得的溶液加水使其體積達 70ml。將溶液移入庄格爾—布列克儀器內(Тредвелл-Голл) “分析化學”第二卷第一篇“重量分析”第 222 頁 1935 年版) 于 100ml 的玻璃瓶內，加入 2 滴 10% 的氯化錫溶液，10ml 化學純硫酸(比重 1.84)，小心攪拌溶液，并加入 6g 無砷鋅片，該鋅片尽可能同樣大小。

升汞試紙上所呈現之顏色經 1.5—2 小時后不得深于同樣條件下同樣升汞試紙因受標準溶液。作用之反應所呈現的顏色，標準溶液為同樣體積內含有同量硫酸鋅，二氯化錫及下列 As 量：

試 剂。 結 晶 碳 酸 鈉

ГОСТ 84—41

“化学純”样品……………0.003mg As

“分析純”样品……………0.003mg As

“純”样品……………0.003mg As

孝

注：1) 砷标准溶液之配制：溶解 1.320g 化学純 As_2O_3 于必須量之 10% 氢氧化鈉溶液中，并用水稀釋至 1 l—溶液 A。取 3 ml 溶液 A 加水稀釋至 1 l—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.003mg As。

2) 升汞試紙按下法制备：瀝浸无灰密質濾紙于氯化高汞的冷飽和溶液氯化高汞的溶解度 20° (时 100ml 水能溶解 6.2g) 取出散置于玻璃平板上，在空气中晾干，將晾干过的濾紙再浸于同样的溶液內，并再晾干，制备的試紙保存在带有磨口塞子的玻璃瓶內。

十一) 鉀 (K)

溶解 5 g 样品于 15ml 水中，用 HNO_3 (比重 1.15) 中和，并以石蕊試紙作指示剂，在水浴上蒸发至干。將蒸干后所得的残渣溶解于 15ml 水中，并于此溶液中加入 5 ml 新配制的 20% 亚硝酸鈷鈉溶液，經過 18—20 小时，生成的沉淀不应多于标准溶液內所生成者 (該溶液与試液同时配制)。标准溶液为与試液同体积內含 5 ml 同样的亚硝酸鈷鈉溶液，4.8g 化学純硝酸鈉或者 3.3g 化学純氯化鈉 (不含鉀) 及下列 K 量：

“化学純”或“分析純”样品……………0.15 mgK

“純”样品……………0.5 mgK

注：1) K 标准溶液之配制：溶解 1.907g 化学純氯化鉀于水中，用水稀釋溶液至 1 l—溶液 A。

將 10ml 溶液 A 用水稀釋至 100ml—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.1mgK。

2) 亚硝酸鈷鈉試剂用下法制备：溶解 150g 亚硝酸鈉于 750ml 水中，然后加热溶液至 $45—50^\circ C$ 攪拌，加入 50g 分析純硝酸鈷，于所得的混合液內加入 25ml 冰醋酸，然后过滤，溶液并通入空气 1 小时 (以逐出游离之 HNO_3)，此后用 150ml 96% 的精醇酒精使盐沉淀，在吸滤漏斗上用乙醚洗滌滤过之沉淀，并在空气中干燥之。

3) 若无均不含鉀之氯化鈉或硝酸鈉样品，則用下面方法处理：溶解 10g 化学純氯化鈉或 14.5g 化学純硝酸鈉于 30ml 水中，加入新配制的 15ml 20% 亚硝酸鈷鈉溶液，并放置过夜，此后过滤生成之沉淀。配制每份标准溶液，可取 15ml 滤液，注入必須量之鉀标准溶液，并将体积稀釋至 20ml。

V. 包装及标志

10. 結晶碳酸鈉盛于玻璃瓶內并以良好磨砂玻塞或軟木塞盖好塞上用油紙包住，若塞以軟木塞时，則下部用油紙保护，上部用石蜡或胶膜封口，并用油紙复盖。

淨重在 0.1 至 5 kg 之間，包装之重量相差間隔 1 kg 以下者为 100g，1 kg 以上者为 250g。

11. 每个瓶上貼以标签，并注明：出品厂名称，样品名称，品級，“化学純”，“分析純”或“純”出品日期，样品重量，批号数，分析資料，檢驗者簽証及“ГОСТ 48—41”。

代 替：

ГОСТ 4239—48 代替 OCT 10154—39。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 200—41
	試 剂	
	次磷酸氢钠 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 分子量: 106.01 (根据1940年国际 原子量) $\log - 2.02535$	Л 5 1 組

I. 分 类

1. 根据主要物质与容許杂质的含量, 試剂可分为“分析純”与“純”两种。

II. 技术条件

	“分 析 純”	“純”
2. 外观	白色粉末或无色結晶, 潮解或在空气中风化。	
3. 主要物质($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)含量的百分数不得小于	98.0	95.0
4. 容許杂质的最高量, 以%計:		
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 亚磷酸盐($\text{Na}_2\text{HPO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	0.5	1.5
(3) 鈣(Ca^{++})	0.02	0.1
(4) 硫酸盐(SO_4^{--})	0.02	0.1
(5) 砷及测定砷时所得其他杂质	須符合于IV章 8 条 2 項的試驗	
(6) 5%水溶液的反应	須符合于IV—8, 第6項的試驗合格。	

III. 驗收規則

5. 每瓶样品須經外部检查。

每批样品分別进行取样。为取得平均样品, 自每批的总瓶数中选取 10% 瓶以上从中取样, 但批小时不得少于两瓶自所选出的每瓶中按比例取样, 将其置入带磨砂玻塞之干净玻璃瓶中, 小心混匀平均样品, 所取样品的总重不得超过0.15kg。

6. 将平均样品分为二份, 分別置入两个带磨砂玻塞之干净玻璃瓶中, 瓶口加封, 每个瓶貼以标签并注明: 出品厂名称, 样品名称, 品級(“分析純”或“純”)批号, 及取样日期。

其中一瓶送出品厂的实验室分析, 另一瓶在該厂保存三个月, 以备仲裁分析之用。

仲裁分析的实验室根据双方議定决定之。

IV. 試驗方法

7. $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 含量之測定

于250ml 量瓶內, 注入无氧的蒸餾水, 溶解約0.8g 样品(秤准至0.0002g)加水至刻度, 并搖匀。将 25ml 所得溶液放入250ml带磨砂玻塞之錐瓶內。于溶液中加入0.1N 溴化物—溴酸盐溶液, 50ml 4NHC 10ml, 放置 3 小时。然后于瓶內加入“化学純”或“分析純”碘化鉀 2g, 經 10 分鐘后, 用硫代硫酸鈉滴定被析出的碘, 于滴定將終了时, 加入淀粉溶液。

1 ml 0.1N 溴化物—溴酸盐溶液相当于0.0026502g $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $\log - 3.42328$ 。

自所得次磷酸盐之含量百分数中减去按IV—8, 第2項測定之亚磷酸鈉含量的百分数与

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1941年2月20日	实施日期 1941年3月15日
-------------------	-------------------------	--------------------

試 剂。 次 磷 酸 氢 鈉

ГОСТ 200—41

系数0.24532($\log-138973$)之乘积。

注：配制0.1N溴化物—溴酸盐溶液可溶解約2.78g化学純 KBrO_3 与10g化学純 KBr 于1L量瓶内，若无钾盐时，則溶解約2.5g化学純 NaBrO_3 和9.0g化学純 NaBr 使溶液至量瓶的刻度。

为标定溴化物—溴酸盐的滴定度，置25ml溶液于带磨砂玻塞的錐瓶中，于溶液内加入“化学純”或“分析純” $\text{KI}2\text{g}$ ，硫酸(比重1.11)20ml經10分鐘后用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定被释出的碘，近于滴定終点时加入淀粉溶液。

8. 杂质的測定：測定杂质时，試驗样品須称准至0.01g。

1) 水不溶物：溶解10g样品于100ml水中。盛有溶液的烧杯用表玻璃盖上，在沸水浴上加热1小时，用已称重的玻璃过滤坩堝 A_3 或 A_4 过滤溶液。用100ml热水洗滌沉淀并在 $105-110^\circ\text{C}$ 烘干至恒重，沉淀的重量不应超过。

“分析純”样品……………0.5 mg

“純”样品……………1.0 mg

2) 亚磷酸盐。溶解5g样品于盛有50ml的250ml带磨砂玻塞之錐瓶内，加入約1N硼酸鈹溶液10ml及0.1N碘溶液25ml。

半小时后于錐瓶中注入10%醋酸溶液20ml，用0.1N硫代硫酸鈉溶液滴回过量的碘，近終点时加入淀粉溶液。

1 ml 0.1N 碘溶液相当于0.010803g $\text{Na}_2\text{HPO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ； $\log-2.03354$ 。

注：配制約1N硼酸鈹溶液，溶解20g硼酸于170ml10%氨液中，并加水稀释至1L。

所用氨液須事先試驗其中 NH_3 的含量，用酸滴定以甲基紅为指示剂，須准确至0.2%。

3) 鈣。溶解1g样品于20ml水中，于溶液内加入氯化鈹0.5g，草酸鈹饱和溶液1ml，10%氨液1ml；热至沸騰并放置1小时。

所呈现的混浊1小时后不应深于标准溶液所呈现的顏色时，則認为样品符合标准，标准溶液为同体积内含有1g不含鈣的样品，同量的氯化鈹，草酸鈹，氨及下列Ca量：

“分析純”样品……………0.2mgCa

“純”样品……………1.0mgCa

注：1) 标准鈣溶液之配制：溶解2.497g于 100°C 烘干过的“分析純”磷酸鈣于10ml盐酸(比重1.12)内，并用水稀释至1L—(溶液A)。

将溶液A20ml用水稀释至100ml—溶液B。

1ml溶液B含有鈣0.2mg。

2) 若无不含鈣杂质的 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 存在时，溶解5g現成的样品于90ml水中，加氯化鈹2.5g，草酸鈹饱和溶液5ml，10%氨液5ml，并加热至沸，經3小时后过滤生成的沉淀。取20ml滤液以配制标准溶液。

4) 硫酸盐。溶解5g样品于50ml水中，过滤，稀释至150ml，注入 HCl (比重1.12)5ml并热至沸，然后注入10%氯化銀溶液5ml并放置18—20小时。所得的溶液以磁制过滤坩堝(A_1 或 A_2)过滤，用冷水洗滌沉淀至无 Cl^- 反应后烘干并烧至恒量。沉淀的重量不应超过：

“分析純”样品……………2.5 mg

“純”样品……………12.5 mg

将硫酸銀重量算成 SO_4^{2-} 重量之換算系数—0.41153； $\log-1.61440$ 。

注：若无磁坩堝时，則应用 N_2 多孔玻璃坩堝，在此情况下沉淀須在 150°C 烘至恒量。

5) 砷及測定砷時所得之其他雜質。

在三個同樣大小之試管內（直徑 15—20mm）進行試驗。其中一試管內置 1g 樣品，以 3 ml 水溶解之并注入化學純 HCl（比重 1.19）3 ml。于另一試管中置 1g 樣品，0.005mg 砷，以 2.5ml 水溶解之，并注入“化學純”HCl（比重 1.19）3 ml。第三試管注入水 3 ml 与同樣的鹽酸 3ml。三個試管在盛有沸水的燒杯內熱 10 分鐘，并在室溫下放置 50 分鐘，將試管置白紙上，沿試管之軸往下觀察，僅含次磷酸鹽溶液（第一試管）之顏色不應較第二試管中鹽酸之顏色為深，第二試管內含砷之次磷酸鹽溶液應呈清徹之淡棕色。

注：砷標準液的配制稱取 1.320g 之亞砷酸酐（OCT HKTH 8245/1201 “白砷”，“粉狀砷”或“一等精制品”），如無上述存品時則稱取同量升華之亞砷酸酐，溶于必須量（約 10ml）之 10% 氫氧化鈉溶液中。

將所得溶液加水稀釋至 1l（溶液 A）。

取 5ml 溶液 A，加水稀釋至 1l（溶液 B）。

1ml 溶液 B 含砷 0.005g。

溶液 B 制成後僅當天有效。

6) 5% 水溶液的反應。溶解 1g 樣品于 20ml 水中，（無碳酸），加 1 滴酚酞溶液。如紅色呈現時應加入 1ml 0.1N HCl 使其消去。

V. 包裝及標志

9. 樣品裝于帶有合適磨砂玻塞或品質良好之軟木塞之玻璃淨重由 0.05 至 1kg，各類包裝之相差為 0.05kg。

若用軟木塞，下部用油紙包裹，木塞上部以石蠟及羊皮紙或膠罩封口。

10. 每瓶應貼以標籤并注明：出品廠名稱，樣品名稱，品級（“分析純”或“純”）出品日期，樣品的重量，批號，分析項目，檢驗者簽証及“ГОСТ 200—41”

代 替： ГОСТ 1978—48 代替 OCT HKTH 8245/1201

苏联标准委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4172—48.
	試 剂	代 替 OCT HKTP 7369/523
	磷 酸 氢 二 鈉	Л 5 1 組

磷酸氢二鈉为无色透明，在干燥空气中能风化的結晶，能溶于水。

分子式： $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(按1947年国际原子量)——358.17。

工. 技术条件

1. 水溶液的反应——須符合于第11条的試驗。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.002	0.005	0.01
(2) 氯化物(Cl)	0.001	0.003	0.005
(3) 硝酸盐(NO_3)	0.0005	0.001	0.002
(4) 硫酸盐(SO_4)	0.005	0.02	0.04
(5) 鎂(Mg)	0.001	0.001	0.003
(6) 鉄(Fe)	0.0005	0.001	0.003
(7) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0005	0.001	0.002
(8) 砷	0.0005	0.001	0.002

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47进行。

所取样品的总量不得少于0.5kg。

4. 水不溶物之測定

取50g样品，秤准至0.01g，溶解于400ml蒸馏水中，于水浴上加热1小时，以玻璃或磁过滤坩堝过滤溶液，用热蒸馏水洗滌残渣，并在105—110°C烘至恒量。

如烘干残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品…………… 1 mg

“分析純”样品…………… 2.5mg

“純”样品…………… 5 mg

5. 氯化物(Cl)含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N的溶液。

含Cl⁻溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年5月6日	1949年6月1日

蒸餾水。

二) 測定手續

取2g样品称准至0.01g, 溶于15ml 水中。以事先用热水洗过的滤紙將溶液滤过, 加入不含 Cl^- 的硝酸5ml, 加水使体积达 50ml 并加 AgNO_3 溶液1ml。

如試溶液所呈现的乳色經 10 分 钟后不深于标准溶液所呈现的顏色时, 則样品認為符合标准, 标准溶液为同体积內含有同量硝酸銀溶液, 双倍量 (10ml) 不含 Cl^- 之 硝酸及下列Cl量:

“化学純”样品……………0.02mgCl

“分析純”样品……………0.06mgCl

“純”样品……………0.1mgCl

注: 硝酸銀溶液要同时倒入試液及标准溶液中。

6. 硝酸盐(NO_3^-)之測定

一) 需用試剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84。

氯化鈉溶液, 按ГОСТ 4517—48配制。

藍錠溶液, 按ГОСТ 4517—48配制, 1: 5000。

含 NO_3^- 溶液, 按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取2g磨細的样品, 称准至0.01g, 小心置50—60ml 洗淨的錐瓶內, 于瓶中注入氯化鈉溶液2ml, 藍錠溶液1ml 及硫酸 10ml, 小心攪拌至块类溶解, 10分 钟后加水 25ml。

如試液所呈现的顏色等于或强于标准溶液所呈现的顏色时, 則認為样品符合于标准, 标准溶液为含有同量氯化鈉溶液藍錠溶液, 硫酸, 及下列 NO_3^- 量的溶液, 經 10 分 钟后, 再加 25ml 水,

“化学純”样品……………0.01mg NO_3^-

“分析純”样品……………0.02mg NO_3^-

“純”样品……………0.04mg NO_3^-

7. 硫酸盐(SO_4^{2-})之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19。

氯化鋇, ГОСТ 4108—48, 10%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 10g 样品称准至0.01g, 溶于盛有100ml 水的 200ml 烧杯內, 于溶液內加入不含 SO_4^{2-} 之盐酸 10ml, 热至沸騰, 过滤, 于滤液內加入氯化鋇溶液 5ml, 在水浴上加热 1 小时, 并放置 20—24 小时。以磁过滤坩埚过滤析出的沉淀, 用水洗至无 Cl^- 的反应, 烘干并烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时則認為样品符合标准,

試 劑。 磷 酸 氢 二 鈉

ГОСТ 4172—48

“化学純”样品……………1.2 mg

“分析純”样品……………4.8 mg

“純”样品……………9.6 mg

注：如果没有不含 Cl_4^- 的盐酸存在时，則做各別試驗測定 SO_4 的含量并将結果加以适当的校正。

8. 鎂含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化銨，ГОСТ 3773—47，“化学純”。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%溶液。

含 Mg^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

蒸餾水。

不含 Mg^{++} 的磷酸氢二鈉之配制：溶解40g样品于400ml水中，加盐酸8ml和氯化銨8g，热至沸騰，加入氨水80ml并放置18—20小时。傾出或吸取澄清的液体为配制标准溶液之用。于122ml所得液体內加入适量含 Mg^{++} 溶液，热至沸騰，加氨液5ml并与試样同时放置18—20小时。

二) 測定手續

取10g样品秤准至0.01g，溶于盛有100ml水之200—300ml錐瓶內。溶液中加入盐酸2ml，过滤加入氯化銨2g，热至沸騰，加入(每次少量)氨液25ml并放置18—20小时。

如試液所生成沉淀不超过标准溶液所生成的沉淀时，則認為样品符合标准，标准溶液为含有于下列不同量鎂的溶液。

“化学純”样品……………0.1mg Mg

“分析純”样品……………0.1mg Mg

“純”样品……………0.3mg Mg

9. 含鉄量的測定

一) 需用試劑及溶液：

磺醯水杨酸，ГОСТ 4478—48，10%溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，10%的溶液。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液，按ГОСТ 4212—48配制。

二) 測定手續

取1g样品秤准至0.01g溶解于20ml水中，于溶液內加入磺醯水杨酸2ml，搅拌，加氨液5ml并小心搅拌。

同时用下法配制标准溶液：

取20ml水，其中含有下列 Fe 量：

“化学純”样品……………0.005mg Fe

“分析純”样品……………0.01mg Fe

“純”样品……………0.03mg Fe

于此溶液中加入磺醯水杨酸2ml，搅拌，然后加氨液5ml，并小心搅拌，若試液所呈现的

顏色不深于准标溶液所呈現的顏色時則認為样品符合标准。

10. 重金屬(Pb)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氫水, ГОСТ 4517—48, 新配制的。

含Pb⁺⁺溶液, 按ГОСТ 4212—48配制

蒸餾水。

二) 測定手續

取5g 样品, 秤准至0.01g 溶于 40ml 水中, 过滤, 加不含重金屬醋酸 5ml, 硫化氫水10 ml, 并搅拌。

如試液所呈現的顏色經 10 分鐘后不深于标准溶液所呈現的顏色時, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有同量醋酸, 硫化氫水及下列Pb量:

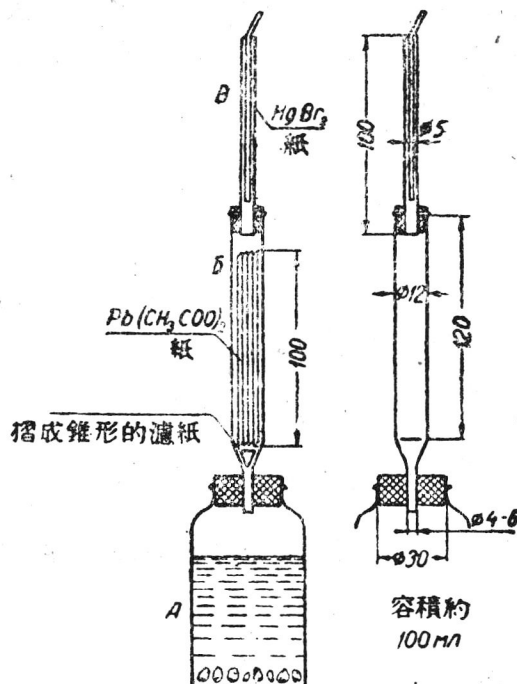
“化学純”样品……………0.025mg Pb

“分析純”样品……………0.05mg Pb

“純”样品……………0.1mg Pb

11. 砷(As)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:



硫酸, ГОСТ 36—40, 10%溶液。

不含砷的鋅, ГОСТ 989—41。

含砷溶液, 按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

試 劑。 磷 酸 氢 二 鈉

ГОСТ 4172—48

溴化汞試紙，按ГОСТ4517—48配制。

醋酸鉛紙，按ГОСТ 4517—48配制。

二) 測定手續

取0.5g 样品，称准至0.01g，放入100ml的广口瓶中（参考下图），加入30ml 硫酸，20 ml水，3滴二氯化錫溶液及5g鋅。

如溴化汞試紙所呈現的顏色，2小时后，不深于該試紙在标准溶液中所呈現的顏色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积內含有同量硫酸，二氯化錫溶液，鋅及下列As量：

“化学純”样品……………0.0025mg As

“分析純”样品……………0.005mg As

“純”样品……………0.01mg As

12. 水溶液反应的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ3118—46，1N溶液。

酚酞，OCT HKTI 2857，1%之酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品3g 称准至0.01g，溶于30ml 水中，过滤溶液并加3滴酚酞，用1N的盐酸小心中和，并使所呈現的顏色脫色，然后，将溶液加热至沸，煮沸2分钟，然后冷却。

如溶液的顏色不重新呈现，而所消耗的1N 盐酸不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品……………0.5 mg

“分析純”样品……………0.5 mg

“純”样品……………1.0 mg

IV. 包装及标志

13. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47进行之。包装形式为1或5。

苏联人民委员会 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 245—41
	試 剂 磷 酸 氫 鈉 (盐基磷酸鈉: 酸性磷酸鈉) $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 分子量 = 156.03 (根据1940年 国际原子量) $\log - 2.19320$	Л 5 1 組

I. 分 类

1. 按 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 及杂质的含量可将样品区分“分析純”及“純”。

II. 技术条件

2. 样品应是无色的或白色的結晶体, 溶于水。
3. PH 范围应在4.2到4.6之間。

	“分析純”	“純”
4. $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数不小于	99.0	98.0
5. 容許杂质的最大量(以百分数計):		
(1) 水不溶物	0.01	0.02
(2) 氯化物(Cl^-)	0.005	0.01
(3) 硫酸盐(SO_4^{2-})	0.01	0.02
(4) 鉄(Fe)	0.002	0.005
(5) 氨沉淀物	0.01	0.02
(6) 硫化氢組重金属	0.001	0.005
(7) 氮(N)—硝酸盐, 亚硝酸盐, 氨及其他化合 物中之总含量	0.002	0.005
(8) 砷(As)	0.0002	0.0005

III. 驗收規則

6. 每瓶应作外观之检查, 每批样品之取样必須单独进行, 为得到平均样品, 可选出該批总瓶数的10%以下, 但不得少于两瓶。从选出的各瓶中按比例取出相当数量的样品, 置于干燥洁淨之玻塞瓶中。

7. 将均匀的試样謹慎攪和, 其总量不小于0.4kg 分为两份, 分置于二干燥洁淨之玻塞瓶中。瓶子用技术检查科的戳記封印之。每瓶貼以标签, 注明工厂名称, 样品名称与品級; 批号, 取样地点及日期等。将一瓶給予出品工厂的实验室作为分析用, 另一瓶在該厂保存三个月, 以备中裁分析之用。仲裁分析試驗室, 經双方之協議选定之。

IV. 試驗方法

8. PH 值的測定。称取样品0.8g 称准至0.01g, 置于100ml 的量瓶中, 可以水溶解之, 然后再加水至刻度。

顏色間隔的范围, 依下法測定之。

取6个同样直径洁淨干燥試管(由无色玻璃制成)。于其中之一加10ml 已配好的試液, 而其余的5个, 各加10ml 緩冲混合液, 其PH值为: 4; 4.2; 4.4; 4.6; 及4.8(见注), 每

苏联化学工业 人民委员会議提出	全苏标准委员会批准 1941年2月27日	实 施 日 期 1941年4月1日
--------------------	-------------------------	----------------------

試 剂。 磷 酸 氢 鈉

ГОСТ 245—41

一个試管中加入一滴0.2%甲醇溶液，比較試液的顏色和緩沖合液的顏色(將試管放在白色板上观察)。

如果試液的顏色与氢离子浓度在4.2-4.6 間的一个緩沖溶液之顏色相当，則認為样品符合于技术条件。

注：此試驗所需之緩沖混合物系由0.05M，硼砂溶液及0.05M琥珀酸溶液所合成，其比例如下表所示：

緩沖混合液之配制——參看OCT KHTII“甲基紅”。

緩沖混合液之組成 (以ml計)		P
0.05M. 琥珀酸溶液	0.05M. 硼砂溶液	
8.22	1.78	4.0
7.78	2.22	4.2
7.38	2.62	4.4
7.00	3.00	4.6
6.65	3.35	4.8

9. $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量之測定。

秤取样品約 5 g，秤准至，0.0002g，置于錐形瓶中，溶于30ml 水中，再加 5 g 氯化鈉。然后加三滴酚酞，用 1N 氢氧化鈉溶液(不含二氧化碳)滴定，直至呈现微紅色为止(放在白板上观察)。

1 ml 1N 氢氧化鈉溶液相当于 0.15603g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\log -1.19320$ 。

注：配制 1N 氢氧化鈉溶液(不含碳酸盐)可溶解 100g 固体氢氧化鈉于 100ml 蒸餾水中，放置几天后，用虹吸管吸出溶液并用煮沸冷却后之水(不含碳酸)稀释成 1N 溶液。

10. 杂质的測定。測定时所取試样应秤准至 0.01g。

1) 水不溶物。取 25g 之样品，置于烧杯中，溶于 200ml 水中，用表玻璃盖好后，放在水浴上加熱一小时，然后用已称重的玻璃过滤坩堝(A63 或 A64)或篩底磁过滤坩堝(A₁ 或 A₂) 过滤之。用 100ml 的热水洗滌残渣，在 105°—110° C 烘至恒重。

残渣的重量不得大于下列之数值：

“分析純”样品……………2.5 mg

“純”……………5.0 mg

移滤液和第一次洗液至 250ml 量瓶中，加水至刻度(溶液 A)，利用此溶液来測定氮沉淀物(見第二节)。

2) 氯化物。將 0.5g 样品置于 50ml 的錐瓶中，溶于 20ml 水中，加 1 ml 硝酸(比重 1.15)及 1 ml 0.1N 的硝酸銀溶液，所現的乳色經 15 分钟不应深于标准溶液所呈现的乳色，标准溶液为同体积中含有同量硝酸，硝酸銀以及下列 Cl^- 量：

“分析純”样品……………0.025mg Cl^-

“純”样品……………0.05mg Cl^-

注：为了配制标准 Cl^- 即溶解 1.649g 預先經燒过的，化学純的氯化鈉于水中，并加水稀释至 1 l—溶液 A。

取溶液 A 5 ml 用水稀释至 100ml—溶液 B。

1 ml 溶液 B 含 0.05mg Cl^- 。

3) 硫酸盐。取約 10g 之样品于烧瓶中，溶于 100ml 水，將溶液加熱至沸，加 10ml 化学

純的盐酸(比重1.19)必要时过滤之。加5 ml 10%氯化銀溶液,在室温下靜置18—20小时。

然后以篩底磁过滤坩堝(A₁或A₂)过滤之,用冷水洗滌沉淀至无Cl⁻反应为止。烘干,并烧灼至恒重。

沉淀的重量不应大于下列数值:

“化学純”样品……………2.5 mg

“純”样品……………5.0 mg

BaSO₄ 重量換算成 SO₄²⁻重量的系数0.41153;

log—1.61440。

注: 1. 若无篩底磁过滤坩堝时,可用玻璃过滤坩堝(№4)过滤之,沉淀用汽水洗滌,直至无Cl⁻反应为止,并于150°C烘至恒重。

2. 若无化学純之盐酸时,于所用的盐酸中测定其SO₄²⁻的含量而在計算中加以适当修正。

4) 鉄。取2 g样品于60ml的錐瓶中,溶于20ml水,加2 ml 10%的磺酳水杨酸溶液,搅拌,再加5 ml 10%氨水,重新搅拌,所呈现的黄色,不应深于按下法所配制的标准溶液的颜色。

标准溶液如于20ml水中及下列Fe量:

“分析純”……………0.04 mg Fe

“純”……………0.1 mg Fe

及加入2 ml 10%之磺酳水杨酸溶液,搅拌之,再加5 ml 10%氨水,重新再搅拌之。

注: 为了配制标准鉄溶液,称8.635g“化学純”新近再結晶的鉄铵矾于水中,加25ml硫酸(比重1.11)用水稀釋至1—溶液A。用水稀釋4 ml溶液A至100ml—溶液B。

1 ml溶液B含有0.04mg Fe。溶液B应是新配制的。

5) 氨沉淀物。加20ml 10%氨水及1 ml 10%的氯化铵于100ml溶液A中(见相当于10g样品),使放置12—18小时。过滤溶液,用5%氨液洗滌沉淀,在酸化洗液中試驗,直至无Cl⁻反应为止。然后将滤紙置于已称重的磁坩堝中烘干灰化,并烧灼直至恒重。

灼烧后残渣的重量不应大于下列数值:

“分析純”样品……………1.0 mg

“純”样品……………2.0 mg

6) H₂S組的重金属。將約10g之样品置于烧杯中,使溶于80ml水中,必要时过滤,加0.5ml冰醋酸及20ml新配制的硫化氨水。

試液所呈现的颜色继10分钟后,不应深于标准溶液所呈现的颜色,标准溶液为同体积中,含有同量之醋酸,硫化氨水,及下列Pb量:

“分析純”样品……………0.1 mg Pb

“純”……………0.5 mg Pb

注: 标准Pb之配制,可溶解1.831g新近再結晶的“化学純”醋酳鉛Pb(CH₃COO)₂·3H₂O于以1 ml冰醋酸酸化的水中,然后加水稀釋至1 ml—溶液A。

加水稀釋10ml溶液A至100ml—溶液B。

1 ml溶液B含有0.1mg Pb。

7) 氮(在硝酸盐,亞硝酸盐,氨及其他之总含量)。取約3g之样品置于150—200ml之烧瓶中,溶于50ml水中;瓶子用連有双球管之塞子盖好(双球管含有1.3的稀硫酸),注入

試 劑。 磷 酸 氫 鈉

ГОСТ 245—41

20ml 10%苛性硷溶液, 0.5g 节瓦尔德合金, 放置3小时, 并常摇动之, 然后从反应瓶中, 蒸出50ml 液体, 蒸汽收集于盛50ml 水的量筒中, 加2ml 納氏试剂于所得的溶液中(共100ml), 观察其颜色, 不应深于标准溶液之颜色, 标准溶液为同体积中, 含有2ml 納氏试剂, 及下列N量:

“分析純”样品.....0.06 mg N

“純”样品.....0.15mg N

注: 1. 由于測定氮时所用的苛性硷及銅鉛鋅合金常含有少量氮的原故, 因此配制标准液时不用蒸餾水, 而用如下方法所配制的水。

加60ml 10%苛性硷溶液及1.5g 銅鉛鋅合金于烧瓶中, 瓶塞上連有双球管, 其中含有稀硫酸(1:3), 时时摇动瓶内含物, 3小时后, 从瓶中蒸出恰为150ml 的液体, 装入成有90ml 水的250ml 量筒中。

每个标准溶液的配制: 取80ml 依上法所得的液体, 加标准氮液后, 加水至100ml, 并加2ml 納氏试剂。

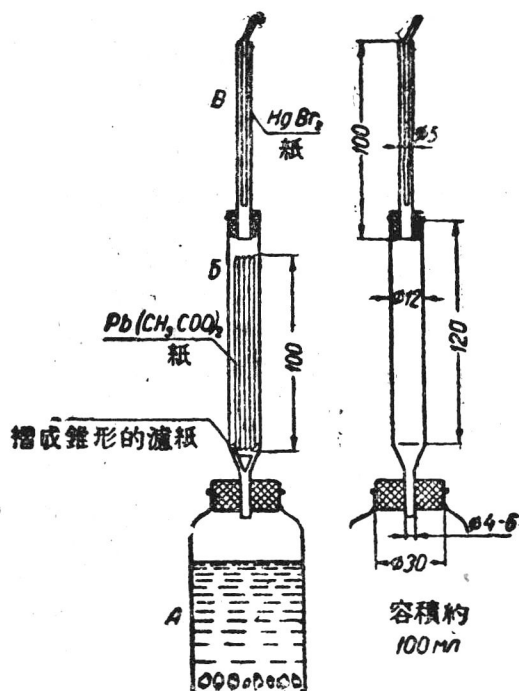
2. 标准氮液的配制: 溶解3.819g 預先于100°C烘干的“化学純”氯化铵于水中, 并用水稀釋至1l—溶液A。用水稀釋6ml 溶液A至1ml—溶液B。1ml 溶液B含有0.06mg 氮。

3. 納氏试剂按下法配制: 置6g 氯化汞于磁皿中, 加50ml 不含氮并加热至80°C水溶解之, 然后加入7.4g 碘化鉀溶于50ml 水中, 冷却溶液, 沉淀下降后, 倒出液体, 并以傾泻法用汽水洗滌沉淀三次(每次20ml), 然后于溶液中加入量5g 碘化鉀溶于少量水中(为溶解碘化汞)。于所得到的溶液中加入20g 氫氧化鈉溶液于少量水中, 冷却溶液, 用水稀釋至100ml, 置暗处保存。

8) 砷(As): 溶解約 2g 样品于 10ml 水中, 置庄格尔—布列克仪器* (见下图)中, 加 60ml 稀硫酸(1:9)及 5—7g 鋅(不含砷), 經 1.5—2 小时后, 升汞試紙的顏色, 不得深于标准溶液中試紙的顏色, 标准溶液为在同体积中含有同量的硫酸及下列 As 量:

“分析純”样品……………0.004 mg As

“純”样品……………0.01 mg As



注: 1. 标准砷液之配制: 1.320g As_2O_3 (升华过的) 溶于必需量之 10% 氢氧化钠溶液中, 用水稀释至 1 l—溶液 A.

用水稀释 4 ml 溶液 A 至 1 l—溶液 B. 1 ml 溶液 B 含 0.004mg As.

2. 用下列方法配制升汞試紙: 厚的无灰濾紙浸在饱和的冷二氯化汞溶液中(二氯化汞的溶液度: 20°C 时 100ml 的水中溶解 6.2g) 貼在平面玻璃上, 在空气中干燥之, 已干燥的濾紙再于升汞液中浸透一次重新干燥.

将如下法所配制的試紙, 切成方长条, 宽度为 0.3—0.4cm 并保存在带有软木塞的玻璃瓶中.

包 装 及 标 志

11) 包装样品于磨口玻塞瓶塞子合适的玻璃瓶中, 塞子下面护以油紙, 塞子上面用油紙或弹簧罩遮盖.

每瓶中所装样品的多少, 視玻璃的有效容量而定, 可分为从 0.1kg 至 2 kg (淨重) 之各品級, 其差为 50g (由容器的大小决定).

12) 在每瓶上貼以标签并注明: 出品厂名, 样品名称, 品級(“分析純”或“純”), 日期, 样品重量, 批号, 分析項目, 檢驗者簽証及“ГОСТ 24—41”.

* Тредвелл Голя著“分析化学教程”第 II 卷, 第 1 編, 第 222 頁, 1935 年版.

苏联部长會議 全苏标准委员会	国定全苏标准	ГОСТ 4463—48
	試 剂	代 替 OCT НКТП 6760/367
	氟 化 鈉	Л 5 1 組

氟化鈉为白色結晶的粉末，难溶于水。

分子式： NaF 。

分子量(根据1947年国际原子量)—42.00。

Ⅰ. 技术条件

- “分析純”的样品，其 NaF 之含量不应小于98%。
- 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.05	0.1
(2) 氯化物(Cl)	0.005	0.01
(3) 硫酸盐(SO_4)	0.05	0.1
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.005	0.01
(5) 铁(Fe)	0.005	0.01
(6) 酸度(HF)	0.2	0.5
(7) 硷度(Na_2CO_3)	1	1.5
(8) 硷性样品中之矽酸(SiO_2)	0.4	0.8
(9) 硷性样品中之矽酸(SiO_2)	0.05	0.1

Ⅱ. 取 样

- 取样按ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品的总重，不得少于 0.1kg。

Ⅲ. 检 定 方 法

- NaF 含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

氫氧化鈉，ГОСТ 4328—40，1N 的溶液。

氯化鉛之飽和溶液，ГОСТ 4210—48。

氟氯化鉛之飽和溶液，按ГОСТ 4517—48 制配。

精制的乙醇，OCT НКТП 278。

酚酞，OCT НКТП 2857，1% 酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

苏联化学工业 人民委员会提出	全苏标准委员会批准 1948年11月9日	实施日期 1949年6月1日
-------------------	-------------------------	-------------------

称取样品約0.2g, 称准至0.0002g 溶于少量之水中。加1滴酚酞溶液于溶液中, 若呈现深紅色, 小心地滴入醋酸, 直至顏色消失。当溶液的酸性恰为氢氧化鈉溶液中和时, 立即用醋酸酸化, 加入500ml 氯化鉛之飽和溶液, 靜置18—24小时, 以玻璃或磁过滤坩埚过滤, 所生成的沉淀, 用150ml 氟氯化鉛溶液洗滌, 然后用少量乙醇洗5次, 在105°—110°C, 烘干过滤器中之沉淀, 直至恒重。

NaF 含量之百分按(X)下式計算:

$$X = \frac{G_1 \cdot 0.16051}{G} \cdot 100 = \frac{16.051 \cdot G_1}{G}$$

式中:

G_1 ——烘干沉淀的重量, 以 g 計:

G ——样品之称重, 以 g 計。

0.16051——为 PbFCl 重量換算成 NaF 重量的系数。

5. 水不溶物含量之測定

称样品 5g 称准至 0.01g, 溶解于 200ml 升之蒸餾水中, 在水浴上加熱 1 小时, 以玻璃的或磁的过滤坩埚过滤, 用热水蒸餾水洗滌过滤器中之沉淀, 在 105°—110°C 烘干至恒重。

若烘干后残渣的重量不超过下列值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………2.5 mg

“純”样品……………5 mg

6. 氯化物含量之測定(Cl)

一) 需用試剂及溶液:

2.8%之硼酸溶液。

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 的溶液。

含 Cl⁻的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品 1g, 称准至0.01g, 溶解于25ml 之硼酸溶液中, 加10ml 水, 經曾用热水仔細洗过的滤紙过滤, 于滤液中加 1 ml 硝酸和 1 ml 硝酸銀溶液。

如試液所呈现之乳色經 20 分钟不深于标准溶液所呈现之乳色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为含有同量之硼酸, 硝酸, 硝酸銀及下列 Cl 量:

“分析純”样品……………0.05mg Cl

“純”样品……………0.1mg Cl

注: 硝酸銀溶液应同时加入到試液及标准溶液中。

7. 硫酸盐(SO₄) 含量的測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, “化学純”, 比重1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10%之溶液。

蒸餾水。

試 剂。 氟 化 鈉

ГОСТ 4463—48

二) 測定手續

称取样品 5 g, 称准至 0.01g, 于白金皿中, 溶解于 75ml 水及 25ml 盐酸中。

在水浴上蒸干溶液。用 5 ml 同样的酸湿润残渣, 并使其溶于少量之水中。再蒸干溶液, 在 120° C 烘干残渣 2 小时, 然后重新用 5 ml 同样的酸湿润之, 并蒸干。

溶解残渣于 50ml 水中, 加 1 ml 盐酸, 过滤, 用热水洗涤滤纸, 使滤液和洗液之总体积为 100ml, 将滤液和洗液加热至沸, 加 5 ml 氯化银溶液, 静置 18—24 小时, 析出的沉淀用磁过滤坩埚过滤, 用水洗至无 Cl^- 反应为止, 干燥并灼烧至恒重。

若灼烧后残渣的重量不超过下列数值时, 则認為样品符合标准:

“分析純”样品…………… 6 mg

“純”样品…………… 12 mg

注: 如果盐酸中含有 SO_4^{2-} 时, 应作校对試驗, 将測定結果加以修正。

8. 重金属(Pb)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

硼酸, 2.8% 溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10% 溶液。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水, ГОСТ 4517—48, 新配制的。

含 Pb 之溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制配。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品 1 g, 称准至 0.01g, 溶于 25ml 硼酸及 15ml 水的混合液中。小心用氨水中和溶液, 用石蕊紙作为指示剂, 加 0.5ml 醋酸及 10ml 硫化氢水。

如試液所呈現的顏色經 10 分钟后不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积內, 含有同量之硼酸、醋酸、氨水, 硫化氢水及下列 Pb 量:

“分析純”样品…………… 0.05 mg Pb

“純”样品…………… 0.1 mg Pb

9. 鉄(Fe)含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, “化学純”, 比重 1.84。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10% 溶液。

磺醢水杨酸, ГОСТ 4478—48, 10% 溶液。

含 Fe^{+++} 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制配。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品 1 g, 称准至 0.01g, 置于白金皿中, 加 2 ml 硫酸, 10—20 分钟后, 先后在水浴及砂浴上加热直至大部分之硫酸烟逸去。溶解残渣于水中, 过滤溶液, 将滤液收集于 100ml 之容量瓶中, 加水使溶液恰为 100ml, 取 20ml 溶液置于錐瓶中, 加 2 ml 磺醢水杨酸溶液, 搅和, 以石蕊試紙为指示剂, 用氨水中和之, 加水至 30ml, 再加 5 ml 同样的氨水,

重新攪拌。

如試液所呈現的顏色不深于下法所配制的標準溶液的顏色時，則認為樣品符合標準。

標準溶液為于20ml 溶液中，含有下列 Fe 量：

“分析純”樣品……………0.01mg Fe

“純”樣品……………0.02mg Fe

再加入 2 ml 磺醯水楊酸，攪拌之，再加 5 ml 氨水，重新攪拌之。

注：如果用的硫酸中含有 Fe 時，應作校對試驗，將測定結果，加以修正。

10. 酸度(HF)的測定

一) 需用試劑及溶液：

硝酸鉀，ГОСТ 421—48，飽和溶液。

氫氧化鈉，ГОСТ 4328—48，0.1N 的溶液。

酚酞，OCT HKTP 2857，1%酒精溶液。

不含二氧化碳的蒸餾水，按ГОСТ 4517—48 配制。

二) 測定手續

取樣品 2 g，秤准至 0.01g，置于白金皿中，溶于 40ml 水。加入 10ml 硝酸鉀溶液，冷卻至 0°C，加 3 滴酚酞溶液，如不呈現粉紅色，則用氫氧化鈉溶液 滴定至呈現粉紅色，并使試液的顏色在 0°C 以下，保持 15 秒鐘不退。

如滴定所消耗恰為 0.1N 的氫氧化鈉溶液的量大於下列數值時，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品…………… 2 ml

“純”樣品…………… 5 ml

11. 礆度(Na₂CO₃)的測定

如測定酸度，(參看第 10 節)，加入酚酞溶液呈現粉紅色時，則加 0.1N 酸溶液(小心攪拌)，直至紅色消失。

如中和時所消耗恰為 0.1N 酸液的量，不大於下列數值時，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品…………… 1.9 ml

“純”樣品…………… 2.8 ml

12. 酸性樣品中，氫氧矽酸鹽含量的檢定

煮沸及滴定之溶液(參看第十條)趁熱用 0.1N 氫氧化鈉，(ГОСТ 4328—48)或氫氧化鉀(ГОСТ 4203—48)溶液滴定至呈現穩定的紅色。

如果在中和時所消耗恰為 0.1N，氫氧化鈉或氫氧化鉀溶液的量大於下列數值時，則認為樣品符合標準：

“分析純”…………… 1.7 ml

“純”…………… 3.4 ml

13. 礆性樣品中矽酸(SiO₂)含量之測定

一) 需用試劑及溶液：

氧化鋅的氨溶液，按ГОСТ 4517—48 配制。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重 1.84 及 1.11。

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重 1.4。

氟氢酸。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品 5 g, 称准至 0.1g, 于白金皿中, 溶于 20ml 水中。过滤溶液至白金皿中, 于滤液中加入 10ml 氧化鋅的氨溶液, 用表玻璃盖上后, 放在石棉网上加热、煮沸直至氨味消失。

析出的沉淀用滤紙过滤, 以热水洗滌, 与滤紙一同放回鉑金蒸发皿中。于皿中加入硝酸 25ml, 和硫酸(比重1.84)10ml, 在水浴上加热, 当滤紙破坏(溶液之体积減至約10ml) 并开始炭化以后(溶液呈暗色)即停止加热, 于溶液中加入水100—150ml, 搅拌并放置14—16小时。

过滤析出之沉淀, 洗滌, 将滤紙及沉淀置于鉑坩堝內, 灼烧, 于烧灼过之沉淀中, 加入硫酸(比重1.11) 1 ml 置水浴上蒸发, 加热至硫酸烟停止冒出, 并烧灼至恒重, 然后于残渣中加水 2 ml, 硫酸(比重1.84) 2—3 滴, 及氢氟酸, 3 ml, 于强抽风橱中蒸发, 灼热到无硫酸烟, 并得恒重为止。如果所失去之重量, 与第一次重量比較, 不超过以下数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………2.5 mg

“純”样品……………5 mg

注: (1) 如应用之氢氟酸含有不揮发性残渣, 則所得之結果須加入校正值。

(2) 所用之氧化鋅的氨液, 应检查其SiO₂之含量。

如上述情况进行測定。

IV. 包装及标志

14. 样品之包装及标志按ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为 1 或 6。瓶內应涂以石蜡。

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4233—48
	試 剂	代 替 OCT HKTII 7396/550
	氯 化 鈉	Л 5 1 組

氯化鈉为白色結晶的粉末，溶于水。

分子式：NaCl。

分子量(根据1947年国际原子量)——58.45。

工. 技术条件

1. NaCl 的含量不小于99.8%。
2. 容許杂质的最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“化 学 純”	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.003	0.005	0.02
(2) 硫酸盐(SO ₄)	0.002	0.005	0.01
(3) 氯(N)—硝酸盐，亚硝酸盐及氨中之总氮量	0.0005	0.001	0.001
(4) 鈣(Ca)	0.005	0.007	0.01
(5) 鎂(Mg)	0.002	0.003	0.005
(6) 砷(As)	0.00002	0.00005	0.0001
(7) 硫化氢組重金屬(Pb)	0.0005	0.0005	0.001
(8) 鉄(Fe)	0.0001	0.0003	0.0005
(9) 鉀(K)	0.01	0.02	0.04
(10) 碘(I)	0.008	0.008	0.012

II. 取 样

3. 取样按ГОСТ 3885—47进行。

所取样品的总重不少于0.4 kg。

III. 测 定 方 法

4. NaCl 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 溶液。

鉄鉍矾，ГОСТ 4205—48。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，0.1N 溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取約0.25g样品，称准至0.0002g，置于100ml 的量瓶中，溶解于25ml 的水中。用

化学工业部提出

全苏标准委员会批准

实 施 日 期

1948年6月30日

1949年6月1日

試 劑。 氯 化 鈉

ГОСТ 4233—48

10ml 硝酸使溶液酸化，加入恰为 0.1N 硝酸銀溶液 50ml，用塞子塞住瓶口，振搖至沉淀集积成块，其上部之溶液澄清为止。瓶中溶液之体积加水稀至 100ml，搖勻后用干濾紙過濾，使濾液流入干的量瓶中，但弃去最初之 10ml 濾液。

于 50ml 的濾液中，加入鉄鉍矾溶液 1 ~ 2 ml，随后用硫氰化鉍溶液滴定。

含 NaCl 的百分数(X)按下式計算：

$$X = \frac{(50 - 2V) \cdot 0.005845 \cdot 100}{G} = \frac{0.5845 \cdot (50 - 2V)}{G},$$

式中：

V——恰为 0.1N 的硫氰化鉍溶液用于滴定之体积，以 ml 計；

G——样品的重量，以 g 計；

0.005845——恰为 0.1N 的硝酸銀溶液 1 ml 相当于 0.005845g NaCl 量，以 g 計。

5. 水不溶物含量的測定

取样品 50g，秤准至 0.01g，加热溶解于 200ml 的蒸餾水中。将溶液置水浴上加热 1 小时，用玻璃或瓷过滤坩埚过滤。将濾紙上之残渣，用蒸餾水洗滌至无 Cl^- 反应（用硝酸銀試驗）在 105 ~ 110°C 烘干至恒重。

若烘干残渣的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“化学純”样品 1.5 mg

“分析純”样品 2.5 mg

“純”样品 10 mg

6. 硫酸盐(SO_4)含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重 1.12。

氯化鉍，ГОСТ 4108—48，10% 溶液。

含 SO_4^{2-} 之溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

不含硫酸盐的样品按下法配制：溶解 100g 样品于水中，加水至 450ml。用 5 ml 盐酸酸化溶液，加热至沸，并注入氯化鉍溶液 25ml。經 15 ~ 18 小时后，虹吸出澄清之溶液，取出澄清之溶液 48ml，配制标准溶液。

二) 測定手續

秤取样品 10g，秤准至 0.01g，溶解于 50ml 水中。溶液过滤，以 0.5ml 盐酸使濾液成酸性，加氯化鉍溶液 2.5ml。

如試液所呈现的乳色 2 小时后不得于标准溶液所呈现的乳色时，則認為样品符合标准，标准溶液为同体积內含有 48ml 不含硫酸盐的氯化鉍及下列 SO_4 量：

“化学純”样品 0.2mg SO_4

“分析純”样品 0.5mg SO_4

“純”样品 1 mg SO_4

注：如有不含硫酸盐之氯化鉍存在时，則标准溶液之配制，可取 10g 样品，0.5ml 盐酸氯化鉍 2.5ml，過量之水及含 SO_4^{2-} 之溶液。

7. 总氮(N)量之測定

一) 需用試劑及溶液:

氫氧化鈉, ГОСТ 4328—48, “化学純”, 10%溶液。

节瓦尔德合金。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84, 1:3 稀溶液。

納氏試劑, 按ГОСТ 4517—48 配制。

含 N 之溶液, 按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

标准溶液按下法配制: 于量瓶中注入150ml 水, 加入60ml 氫氧化鈉及 1.5g 节瓦尔德合金, 瓶上有塞, 塞上連接盛有硝酸(1:3)的双球管。定时搖盪瓶中含物, 經 3 小时后, 蒸餾出150ml 之液体, 将蒸餾出的液体收集于預先盛水 30ml 的量筒中。

标准溶液的配制: 由量筒中吸取 60ml 溶液, 混勻后, 加入所需要量的含 N 溶液, 加水使体积至100ml, 再加入 2 ml 納氏試劑。

二) 測定手續

取样品2.5g, 秤准至 0.01g, 置于 150ml 的量瓶中, 以 50ml 水溶解之。于溶液中加入 20ml 氫氧化鈉溶液及节瓦尔德合金 0.5g; 量瓶上盖以塞, 塞上連接盛有硫酸的双球管, 靜置并搖盪之。經 3 小时后, 由瓶中蒸餾出50ml 液体, 将其收集于制有50ml 水的量筒中。于量筒內溶液中加入 2 ml 納氏試劑, 混勻。

如試驗的蒸餾液所呈現的顏色, 不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有下列 N 量:

“化学純”及“純”样品……………0.0125 mg N

“分析純”样品……………0.025 mg N

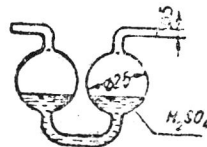
8. 鈣(Ca)含量的測定

一) 需用試劑及溶液:

氯化鈉, ГОСТ 3773—4, “化学純”。

草酸鈉, OCT 2758, 5%之溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%之溶液。



氯化鈉(不含Ca⁺⁺)按下法配制: 取35g 样品, 溶于 119ml 水中, 加入氯化鈉 3.5g, 草酸鈉溶液 7 ml, 加热至沸, 靜置 18—24 小时。过滤析出的沉淀, 取此滤液 19ml 配制标准溶液。

含 Ca⁺⁺ 溶液, 按ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品 Sg, 秤准至, 0.01g, 溶解于 20ml 水中, 过滤溶液, 于滤液中加入 0.5g 氯化鈉, 1 ml 草酸鈉溶液和 1 ml 氨液, 加热至沸。

如試液中所生成之混浊 1 小时后不得于标准溶液所生成的混浊时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积內含有19ml 氯化鈉溶液及下列 Ca 量:

“化学純”样品……………0.25 mg Ca

試 劑。 氯 化 鈉

ГОСТ 4233—48

“分析純”样品……………0.35 mg Ca

“純”样品……………0.5 mg Ca

注：1. 經 3 小时后，將鈣之沉淀過濾。保存濾液以作測定釀用(參看第九條)。

2. 如有不含 Ca^{++} 的氯化鈉存在時，配制標準溶液可取样品 5 g，氯化銨 0.5 g，草酸銨溶液 1 ml，氨液 1 ml，適量之水及含 Ca^{++} 的溶液。

9. 鎂 (Mg) 含量的測定

一) 需用試劑及溶液：

氨水，ГОСТ 3760—47，10% 之溶液。

磷酸氫二銨，ГОСТ 3772—47，10% 的溶液。

氯化鈉(不含 Mg^{+++})按法配制：于定鈣時所剩下的 76ml 濾液中(參看第 8 條第 1 項)，加入氨水 16ml，磷酸銨溶液 8 ml，靜置 18~24 小時，濾去生出之沉淀，取濾液 25ml，作為配制標準溶液之用。

含 Mg^{+++} 之溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

于濾液中(參看第 8 條)加入氨液 4 ml，磷酸銨溶液 2 ml，然後靜置之。

如試液所生成的沉淀，12 小时后，不超過標準溶液所生成的沉淀時，則認為样品符合標準；標準溶液為同體積內含有 25ml 氯化鈉溶液及下列 Mg 量：

“化學純”样品……………0.1 mg Mg

“分析純”样品……………0.15 mg Mg

“純”样品……………0.25 mg Mg

注：如有不含 Mg^{+++} 之氯化鈉存在時，則配制標準溶液；可取样品 5 g，氨液 4 ml，草酸銨溶液 1 ml，磷酸銨溶液 2 ml，適量之水及含 Mg 的溶液。

10. 砷量 (As) 之測定

一) 需用試劑及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重 1.84。

二氯化錫，ГОСТ 36—40，10% 之溶液。

無砷的金屬鋅，ГОСТ 989—41。

含砷的溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

溴化汞試紙，按 4517—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品 5 g，秤准至 0.01g，置于定砷瓶中(第二圖)，溶解于 70ml 水與 10ml 硫酸之混合液中。于溶液中加入 2 滴二氯化錫溶液及 5 g 鋅。迅速將儀器瓶口塞住，于暗處靜置 1~1.5 小時。

如溴化汞試紙因受試液作用之反應所呈現的顏色，經 1~1.5 小時后，不深于該試紙因受標準溶液作用之反應所呈現的顏色時，則認為样品符合標準，標準溶液為同體積內含有同量硫酸，二氯化錫溶液，鋅及下列 As 量：

- “化学純”样品.....0.001mg As
- “分析純”样品.....0.0025mg As
- “純”样品.....0.005mg As

11. 重金属 (Pb) 含量之測定

一) 需用試劑及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氫水, 按 ГОСТ 4519—48 新配制的。

含 Pb^{++} 之溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品. 10g, 称准至 0.01g, 溶解于 80ml 水中。过滤, 并于滤液中加入冰醋酸 1ml 及硫化氫水 20ml。

如試液所呈現的顏色, 10分鐘后, 不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积内含有同量冰醋酸, 硫化氫水及下列 Pb 量:

- “化学純”样品.....0.05 mg Pb
- “分析純”样品.....0.05 mg Pb
- “純”样品.....0.1 mg Pb

12. 鉄量(Fe)之測定

一) 需用試劑及溶液:

磺醢水杨酸, ГОСТ 4478—48, 1%之溶液。

氨水, ГОСТ 3760—47, 1%之溶液。

含 Fe^{+++} 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品 3g, 称准至0.01g, 溶解于20ml 之水中。于溶液中加入 2 ml 磺醢水杨酸 1 搅拌之, 加氨水 5 ml, 再搅拌之。

如試液所呈現的顏色不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液配法如下:

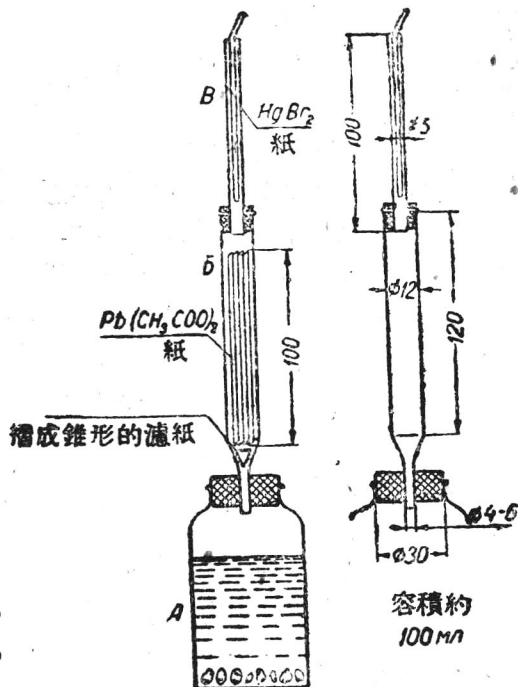
取20ml 水, 其中含有下列Fe 量:

- “化学純”样品.....0.003 mg Fe
- “分析純”样品.....0.009 mg Fe
- “純”样品.....0.015 mg Fe

于此溶液中加入 2 ml 磺醢水杨酸溶液, 混勻, 加入 ml 氨液, 再重新混勻。

13. 鉀(K) 含量的測定

一) 需用試劑及溶液:



試 剂。 氯 化 鈉

ГОСТ 4233—48

亞硝酸鉍鈉, ГОСТ 4219—48, 2%之溶液。

含 K^+ 溶液, 按 ГОСТ 4212—49 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取样品 3g, 秤准至 0.01g, 溶解于 15ml 之水中。过滤溶液, 于滤液中加入亞硝酸鉍鈉溶液 5 ml。

如試液中所生成的沉淀, 經 24 小时后, 不超过标准溶液所生成的沉淀时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有 5 ml 亞硝酸鉍鈉溶液, 3g 氯化鈉(无鉀)及下列 K 量:

“化学純”样品……………0.3 mg K

“分析純”样品……………0.6 mg K

“純”样品……………1.2 mg K

14. 碘(I)含量之測定

一) 需用試剂及溶液

氯化鐵, ГОСТ 4147—48, 3%之溶液。

淀粉, 1:300 之溶液。

含 I^- 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

蒸餾水。

二) 測定手續

取 2g 样品, 秤准至 0.01g, 溶解于 20ml 之水中。过滤溶液, 于滤液中加入淀粉溶液 0.5ml 及氯化鐵溶液 0.5ml。

如試液所呈現的顏色, 經 20 分钟后不深于标准溶液所呈現的顏色时, 則認為样品符合标准, 标准溶液为同体积內含有同量淀粉溶液, 氯化鐵溶液, 氯化鈉(不含碘)以及下列的碘量:

“化学純”与“分析純”样品……………0.16 mg I

“純”样品……………0.24 mg I

IV. 包装及标志

15. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式: “化学純”样品为 1, “分析純”及“純”样品为 5。